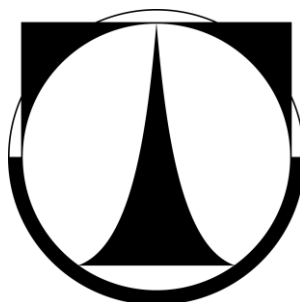


TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA STROJNÍ
Katedra materiálu



**Možnosti aplikace popílku v geopolymerním kompozitu
pro vysoké teploty**

**The possibilities of fly ash application in geopolymer
composite for high temperature**

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

NGUYEN DUC TRUNG

2013

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA STROJNÍ

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
FAKULTA STROJNÍ

Katedra materiálu

Studijní program: Strojirenství (B2341)
Studijní obor: 3911R018 **Materiály a technologie**
Zaměření: Materiálové inženýrství

**Možnosti aplikace popílku v geopolymerním kompozitu
pro vysoké teploty**

**The possibilities of fly ash application in geopolymer
composite for high temperature**

KMT - B - 186

NGUYEN DUC TRUNG

Vedoucí bakalářské práce : **prof. Ing. Petr Louda, CSc.**

Konzultant bakalářské práce : **Dr. Ing. NGUYEN THANG XIEM**

Rozsah práce a příloh:

Počet stran: 56

Počet obrázků: 37

Počet tabulek: 9

Datum 16.05.2013

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci na téma Možnosti aplikování popílků po zpracování při vysoké teplotě jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedení v seznamu literatury na konci práce.

Byl jsem seznámen s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 111/1998 Sb. o právu autorském, zejména §58 – školní dílo. Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

V Liberci dne...12-05-2013.....

Popis

ANOTACE

Jméno : Nguyen Duc Trung
Obor : 3911R018 Materiály a technologie
Zaměření : Materiálové inženýrství
Téma práce : Možnosti aplikace popílku v geopolymerním kompozitu pro vysoké teploty
Číslo bakalářské práce: KMT - B - 186
Vedoucí bakalářské práce : prof. Ing. Petr Louda, CSc.
Konzultant bakalářské práce : Dr. Ing. Nguyen Thang Xiem
Dr. Ing. Totka Bakalova

ABSTRAKT

Tato bakalářská práce se věnuje změnou barvy popílku při ohřevu na vysokou teplotu. Další část práce se zabývá rozбором vlastností popílku a to především barvou, tvarem, chemickým složením a stlačitelností před a po zpracování při vysokých teplotách. Výsledky této práce lze uplatnit ve stavebním průmyslu (ovlivnění barvy popílu).

KLÍČOVÁ SLOVA: geopolymer, alkalická aktivace, popílký, malta

ANOTATION

Name: Nguyen Duc Trung

Specialization: 3911 R 018 Materials and technologies

Focusing: Material engineering

Theme: The possibilities of fly ash application in geopolymer composite for high temperature

Number of BSC work: KMT - BP - 186

Leader of BSC work: Prof. Eng. Petr Louda, CSc.

Consulter: Eng. Xiem Thang Nguyen, Ph.D.
Eng. Totka Bakalova, Ph.D.

ABSTRACT

This thesis is concerned with changing the color of fly ash during heating at high temperature. Another part deals with the analysis of fly ash properties, especially color, shape, chemical composition and mechanical properties of geopolymer mortar before and after modification processing of fly ash at high temperatures. The results of this work can be applied in the construction industry (affecting the colors drunk).

KEYWORDS: geopolymer, alkali activation, fly ashes, mortar

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji vedoucímu bakalářské práce: prof. Ing. Petr Louda, CSc . paní doc. Ing. Doře Kroisové, Ph.D. a paní Ing. Totka Bakalova, Ph.D. za čas a úsilí a konzultantovi Dr. Ing. Nguyen Thang Xiem za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé bakalářské práce.

OBSAH

1. Úvod	12
2. TEORETICKÁ ČÁST	13
2.1 MALTY	13
2.1.1 Definice:	13
2.1.2 Rozdělení malt:	13
2.1.3 Hlavní složky malt:	13
2.1.4 Vápenná malta	14
2.1.5 Tuhnutí vápenné malty	15
2.1.6 Vápeno-cementová malta.....	15
2.2. GEOPOLYMERY	15
2.2.1 Definice	15
2.2.2 Struktura geopolymery	16
2.2.3 Vlastnosti a využití geopolymery	18
2.3 Alkalický aktivátor	19
2.3.1 Mechanismus alkalické aktivace a struktura geopolymery.....	20
2.4 POPÍLKÝ:	21
2.4.1 Definice	21
2.4.2 Fluidní popílký	22
2.4.3 Mineralogické složení	23
2.4.4 Chemické složení	23
2.4.5 Popílký z vysokoteplotního spalování	24
2.4.6 Geopolymer s popílkem.....	26
3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	28
3.1. Volba složení vzorků.....	28
3.1.1 Popílký K6 - LF	28
2.1.4 Baucis L 160	33
3.1.6. Druhy použitých forem a jejich užití	35
3.2 Technologie výroby vzorků	35
3.2.1 Příprava geopolymerní hmoty.....	35
3.3. Vyjmutí vzorku z formy.....	39

3.4. Zrání vzorku a průběh měření veličin geopolymerního kompozitu	40
3.5. Obrobení vzorků	40
3.6. Měření rozměrů	40
3.7. Měření hmotnosti	41
3.8. Měření tvrdosti	41
3.8.1. Princip měření Leeb tvrdosti (dynamická metoda)	43
3.9 Testů pevnosti v tlaku	45
4. Výsledky a vyhodnocení.....	46
4.1 Popílek po ohřevu při 200 °C	46
4.1.1 Výsledky diagram geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF po zahřívání při 200 °C	47
4.1.2 Vyhodnocení	47
4.2 Popílek po ohřevu při 1000 °C	48
4.2.1 Výsledky diagram geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF po zahřívání při 1000 °C	49
4.2.2 Vyhodnocení	49
4.3 Struktura kompozitu před a po ohřevu	50
4.3.1 Výsledný diagram.....	52
4.3.2 Vyhodnocení	53
5. Závěr.....	54
6. POUŽITÁ LITERATURA.....	55

Seznam tabulek

Tabulka 1 : Parametry ohnišť pro spalování uhlí.....	21
Tabulka 2 : Charakteristické složení popílků	24
Tabulka 3 : Chemické složení popílku K6- LF za normálních podmínek.....	30
Tabulka 4 : Chemické složení popílku K6- LF po zahřívání při vysokých teplotách(1000 °C)	32
Tabulka 5 : Hmotnosti ztráty	33
Tabulka 6: Měřicí sondy dle ASTM A 956-0	44
Tabulka 7: Mechanické vlastnosti geopolymerní malty před a po upravením K6_LF popílku na 200 °C.....	46
Tabulka 8: Mechanické vlastnosti geopolymerní malty před a po upravení K6_LF popílku na 1000 °C.....	48
Tabulka 9: Mechanické vlastnosti geopolymerní malty před a po upravení K6_LF popílku a na 1000°C.....	51

Seznam obrázků

Obrázek 1: Rovnice geopolymerizace podle Davidovitse [3].....	16
Obrázek 2: Davidovitsův model geopolymerní struktury [3].....	17
Obrázek 3: Barbarosův model geopolymerní struktury [2]	18
Obrázek 4: Struktura poly(sialite) (vlevo), poly(sialate-siloxo) (uprostřed), poly(sialate-disiloxo) (vpravo) [2].....	20
Obrázek 5: zdroj popílku [7].....	22
Obrázek 6: Povrch částic popílku třídy F	25
Obrázek 7: Povrch částic popílku třídy C	25
Obrázek 8: Geopolymer s popínkem.....	26
Obrázek 9: SEM Geopolymer s popínkem	27
Obrázek 10: Popílku K6- LF za normálních podmínek.....	28
Obrázek 11: Popílku K6- LF za normálních podmínek.....	29
Obrázek 12: SEM Popílku K6- LF za normálních podmínek	29
Obrázek 13: Chemické složení popílku K6- LF za normálních podmínek.....	30
Obrázek 14: K6-LF popílku po zahřívání při vysokých teplotách	31
Obrázek 15: SEM K6-LF popílku po zahřívání při vysokých teplotách.....	31
Obrázek 16: Chemické složení popílku K6- LF po zahřívání při vysokých teplotách(1000 °C).....	32
Obrázek 17: Baucis L 160.....	33
Obrázek 18: válcová formy: $\Phi 46 \times 100 \text{ mm}$	35
Obrázek 19: Vlevo vzorek popílku, vpravo, pec ve které byl popílek vyhříván 1000°C	36
Obrázek 20: Vlevo vzorek popílku, vpravo – nádoba na rozmíchání geopolymerní směsí	37
Obrázek 21: Rozmíchávání geopolymerní směsí	37
Obrázek 22: Rozmíchávání geopolymerní směsí vlevo, vpravo přidávání plniva - popílku	37
Obrázek 23: Rozmíchávání geopolymerní směsí s plnivem	38

<i>Obrázek 24: Odlevání geopolymerní směsí do forem</i>	<i>38</i>
<i>Obrázek 25: Odlevání geopolymerní směsí do forem</i>	<i>39</i>
<i>Obrázek 26: Vibrační zařízení – vibrace vzorků pro odstranění nehomogenit (pórů)</i>	<i>39</i>
<i>Obrázek 27: Posuvné měřítko</i>	<i>40</i>
<i>Obrázek 28: Měření rozměrů vzorků</i>	<i>41</i>
<i>Obrázek 29: Digitální tvrdoměr MH-180 (Leeb tester)</i>	<i>41</i>
<i>Obrázek 30: Postup měření tvrdost vzorky</i>	<i>43</i>
<i>Obrázek 31: Části digitálního tvrdoměru MH-180 (Leeb tester)</i>	<i>44</i>
<i>Obrázek 32: Univerzální zkušební stroje - Werkstoff Prüfmaschinen Leipzig, 500 kN</i>	<i>45</i>
<i>Obrázek 33: Pevnost v tlaku geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF po zahřívání při 200 °C</i>	<i>47</i>
<i>Obrázek 34: Pevnost v tlaku geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF po zahřívání při 1000 °C</i>	<i>49</i>
<i>Obrázek 35: Geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF před (vlevo) a po ohřevu při 1000 °C (pravo).</i>	<i>50</i>
<i>Obrázek 36: Pevnost v tlaku geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF před a po zahřívání při 1000 °C</i>	<i>52</i>
<i>Obrázek 37: Tvrdost geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF před a po zahřívání při 1000 °C</i>	<i>52</i>

1. ÚVOD

Vlastní termín geopolymer (oficiálně) zavedl prof. Davidovits až v roce 1979, jako pojmenování trojdimenzionálních aluminosilikátů vyrobených za nízkých teplot a za krátký čas z přirozeně se vyskytujících aluminosilikátů. [2]

Pod pojmem geopolymer se skrývají anorganické, uměle vyrobené (polymerní) materiály, připravované reakcí základních hlinito-křemičitanových minerálů v zásaditém prostředí za normální teploty a tlaku. Tato reakce se označuje jako geopolymerace. Její pomocí lze využít řadu odpadních surovin a přeměnit je na plnohodnotné geopolymerní materiály.

Geopolymery jsou na první pohled nerozeznatelné od kamene, svými atributy jej však převyšují. Nabízejí velké množství modifikací a tím dosahují jedinečných vlastností, díky nimž materiál přečká tisíciletí. Patří k nim především vysoká pevnost v tlaku a odolnost vůči kyselým dešťům, ohni i bakteriím. Také přívlastek "materiál šetřící životní prostředí" je na místě. Při jejich přípravě se vznik emisí CO₂ snižuje o více než 50 %. [2]

Geopolymery nabízejí různorodé uplatnění. Pro svou extrémní odolnost mohou sloužit především jako vynikající izolace a stavební materiál. První aplikace ve stavebnictví pocházejí z let 1972-1976, kdy byl geopolymer nanášen na dřevotřískové desky, aby zvýšil jejich ohnivzdornost. Geopolymerní cement Parament byl zase použit pro opravu letištní plochy v Los Angeles. V brzké době lze očekávat využití geopolymerů při výstavbě silnic, protihlukových stěn, mostů, budov a jiných původně betonových staveb. Do budoucna pak může být velmi podstatná stabilizace nebezpečných a radioaktivních odpadů pomocí geopolymerních matric (tzv. solidifikace). [3]

Cílem práce je hodnocení vlastností geopolymeru a popílků před a po ohřevu. Porovnání mechanických vlastností vzorků zpracovaných při vysoké teplotě a změn struktury kompozitu před a po ohřevu.

2. TEORETICKÁ ČÁST

2.1 MALTY

2.1.1 Definice:

Malta je kašovitá směs několika látek, které po čase ztuhne. Slouží ve stavebnictví jako spojovací materiál a omítková hmota. Skládá se z vody, písku, vápna a případně cementu. [1]

2.1.2 Rozdělení malt:

- Podle použití:
 - malty pro zdění – izolační, vylehčené, žáruvzdorné,
 - malty pro omítání – lze použít všechny druhy malt s dostatečnou přilnavostí k podkladu,
 - malty pro specifické stavební účely – pro kladení dlažeb a obkladů, zálivkové, spárovací, pro potěry a finální úpravy betonových konstrukcí.
- Podle druhu pojiva: hliněné, vápenné a vápenohořečnaté, nastavované (vápenohliněné, vápenosádrové, vápeno-cementové, vápenostruskové), hydraulické (cementové, trasové), polymerní (vápenolatexové, polymerocementové, polymersilikátové).
- Podle druhu plniva: s říčním pískem, s kopaným pískem, se smíšeným plnivem (směs obou druhů písků, směs těžného a drceného písku), s druhotnými odpadními hmotami (cihelňá drť, popílek, struska, sláma, plevy atd.). [1]

2.1.3 Hlavní složky malt:

- *Pojivo*
 - vzdušné (vápno- vápenná kaše, vápenný hydrát, sádra, kombinované vápenosádrové pojivo, jíla a hlína).
 - hydraulické (hydraulické vápno, hydraulické směsné pojivo na bázi portlandského slínku, CEM I, CEM II/A,B-S a speciální cementy).
- *Plnivo* – písek (0/4, 4/8), granulovaná vysokopecní struska, perlit, polystyrén atd.
- *Přísady a příměsi* – do vápenných malt vhodná hlína, do cementových malt

vápenná kaše, makromolekulární látky.

- *barviva* – probarvování v celé hmotě povrchové vybarvení,
- *voda* – nezávadná, tj. nesmí snižovat pevnost a trvanlivost malt. [1] [10]

2.1.4 Vápenná malta

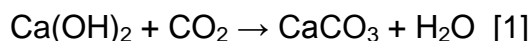
Vápenná malta je směs hašeného vápna ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) s vodou a pískem. Užívá se především k omítání zdí. Navlhčená zeď se pokryje několikacentimetrovou vrstvou malty, ta se nechá mírně oschnout a pak se dorovná „oříznutím“ pomocí latě. V minulosti byl tento druh malty prakticky jediným druhem. Pomocí vápenné malty jsou postaveny prakticky všechny středověké stavby. Tajemství jejich trvanlivosti (vydržely bez většího poškození staletí, zatímco dnešní vápenná omítka vydrží jen desítky let) může podle některých názorů spočívat i v tehdejší technologii hašení vápna, kdy se vápno hasilo v jamách a v nich potom zrálo i několik let, nežli se použilo na výrobu malty. Dnes se spíše prodává hašené vápno hotové, ale když je smíseno s vodou, dají se nalézt známky nedostatečně vyhašených zbytků, které mohou být jedním ze zdrojů malé trvanlivosti omítek z něj vytvořených. Vápenná malta se obvykle míchá v poměru 120-140 kg vápna (podle požadované pevnosti) na 1 m³ písku a 240 až 350 litrů vody. [1]

Vápno z různých vápenek nemá stejnou kvalitu a mívá rozdílné vlastnosti. Záleží na kvalitě a vydatnosti použitého vápence. V praxi se pak stává, že maltou z vápna z jedné vápenky při určitém poměru se dobře omítá a malta z vápna z jiné vápenky při stejném poměru je jako voda s pískem a vyžaduje větší podíl vápna (tzv. jalové vápno). [1]

Pozor na bezpečnost práce! Na oči je vápno nebezpečná žíravina. Na pracovišti musí být vždy alespoň kbelík čisté vody. Pokud je zasažené oko, hned vypláchnout a nic se nestane. I zedníci s mnohaletou praxí přišli o oko, když tuto zásadu opomenuli. Neplatí to ale vždy. Vápno má nepříjemnou vlastnost, dokáže se pevně přilepit na oční víčka z vnitřní strany. [1]

2.1.5 Tuhnutí vápenné malty

Při tuhnutí hašeného vápna v maltě dochází k jeho reakci se vzdušným oxidem uhličitým za vzniku původního uhličitanu vápenatého CaCO_3 :



2.1.6 Vápeno-cementová malta

Od konce 19. století se používá ve stavebnictví vápeno-cementová malta. Její další složkou je cement, který po vytuhnutí dává maltě lepší mechanické vlastnosti. Používá se na namáhané části zdiva a vyzdívání komínových těles. Cement obecně zlepšuje pevnost zdiva, ale na druhou stranu zhoršuje jeho prodyšnost. Existují dva druhy cementu: 32.5 a 42.5. Pro maltu a lehké betony je určen 32.5. [1] [9] [10]

Vápenno-cementová malta se obvykle míchá dle váhového poměru 300-330 kg vápna a 150-300 kg cementu (podle požadované pevnosti) na 1 m³ kopaného písku a 240 až 350 litrů vody, přičemž vodu je třeba přidávat až nakonec podle požadované konzistence. Neměla by se opominout voda již obsažená v písku. Pro praktické účely míchání se odměřuje "na lopaty". V zásadě platí, že na 3 lopaty písku připadne 1 lopata vápna a zhruba půl lopaty cementu. Tato malta ke zdění není náročná na druh použitého písku. [1] [9]

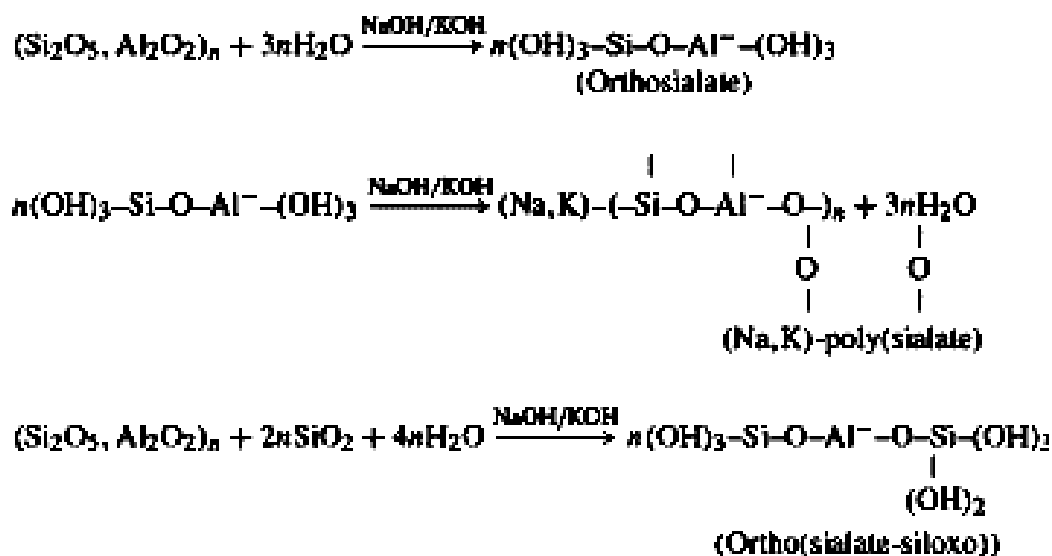
2.2. GEOPOLYMERY

2.2.1 Definice

V zásaditém prostředí za normální teploty a tlaku. Při geopolymerizaci vznikají polymerní vazby Si-O-Al-O, i když podobný materiál byl vyvíjen již v Sovětském svazu od roku 1950 pod názvem *gruntocement*. [2]

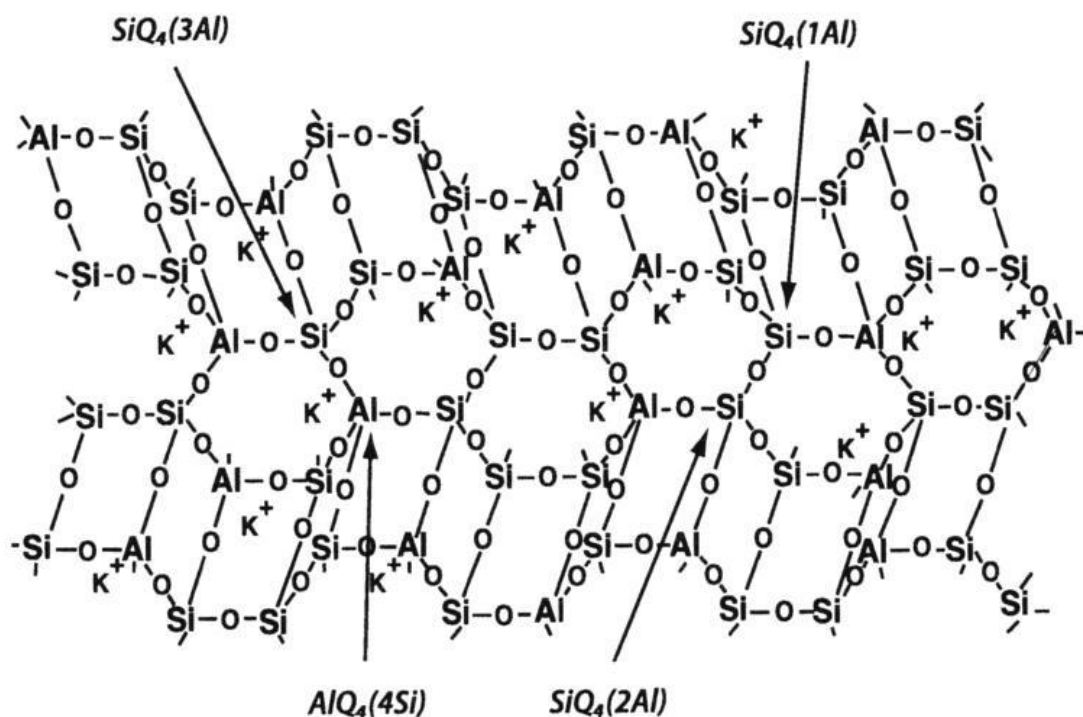
2.2.2 Struktura geopolymery

Mechanismus zesíťení a tuhnutí geopolymerních materiálů stále ještě není zcela objasněn, stejně tak jako není popsána reakční kinetika. Nicméně je známo, že geopolymerní novotvary vznikají z roztoků, kdy prvním krokem musí být rozklad (rozpuštění) základního aluminosilikátu – převedení jeho podstatné části do roztoku. [3] Rozklad probíhá relativně rychle v silně alkalickém prostředí o vysokém pH 13–14. Následuje polykondenzace vzniklých křemičitanových a hlinitanových tetraedrů, které se vzájemně prováží kyslíkovými atomy na vrcholech tetraedrů do trojrozměrné geopolymerní struktury amorfního gelu $[M_x(AlO_2)_y(SiO_2) \cdot nMOH \cdot mH_2O]$, který následně tuhne v geopolymer. [2] [3]



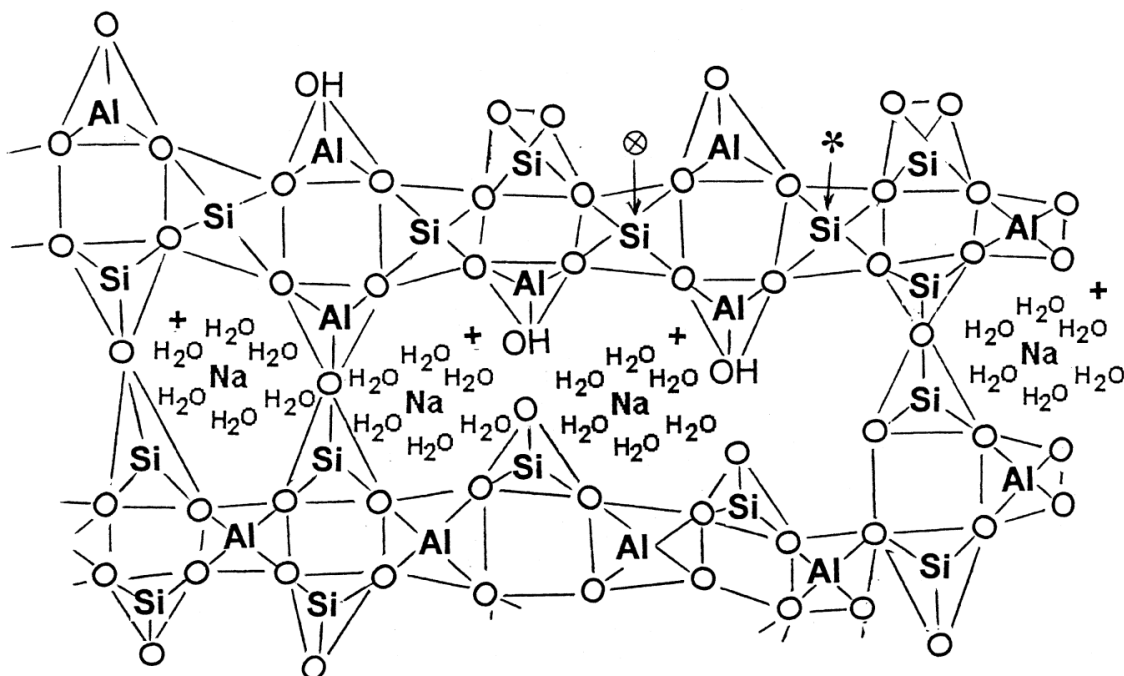
Obrázek 1: Rovnice geopolymeryzace podle Davidovitse [3]

Strukturální model geopolymery vypracoval Davidovits na základě alkalické aktivace metakaolinu. V tomto modelu předpokládá v podstatě monolitický polymer podobný organickému polymer. [3]



Obrázek 2: Davidovitsův model geopolymerní struktury [3]

Další pokrok ve výzkumu mikrostruktury produktů alkalické aktivace (geopolymerace), který byl založen na celé řadě metod jako je například termická analýza, porozimetrie a MAS NMR spektroskopie (Si, Al a především Na) dovoluje poněkud poupravit tuto koncepci. Na základě výše uvedených analýz navrhl modifikovaný model. Model 10 vychází z výsledků NMR spektroskopie, která prokázala, že geopolymerní materiály mají NMR spektra podobná jako alumino-silikátová skla. Oba materiály vykazují trojrozměrné uspořádání. Nicméně liší se tím, že ve struktuře skla není přítomna ani voda ani póry. [4] [5]



Obrázek 3: Barbarosův model geopolymerní struktury [2]

2.2.3 Vlastnosti a využití geopolymérů

Odolnost geopolymérů vůči kyselinám

Výzkumy ukazují, že alkalicky aktivované pojivo s metakaolinem má mnohem lepší odolnost vůči kyselinám (ztráta 5-8 % hmotnosti) než portlandský cement (ztráta 30-60 % hmotnosti). Alkalicky aktivované popílkové pojivo ztrácí méně než 5 % celkové hmotnosti po více než roce působení roztoků kyseliny sírové, octové, chlorovodíkové a dusičné, zatímco portlandský cement s obsahem 10 % mikrosiliky byl zničen během jednoho nebo dvou měsíců působením těchto kyselin. [5] [6]

Stabilizace nebezpečného odpadu

Alkalicky aktivovaná pojiva s obsahem metakaolinu a popílku lze použít pro stabilizaci nebezpečných odpadů. Alkalicky aktivovaná popílková pojiva úspěšně imobilizují olovo, které se sráží na nerozpustný křemičitan. Na efektivitu fixace olova v systému má velký vliv použitý popílek. Rozpustné soli boru zpomalují

tvrdnutí portlandského cementu a mají negativní vliv na jeho stálost, ale ani vysoké koncentrace solí boru neovlivňují vlastnosti alkalicky aktivovaných popílkových pojiv. Naopak přítomnost chromu jako tetrahydrátu chromanu sodného ($\text{Na}_2\text{CrO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) má negativní vliv na aktivaci popílku. [4] [5]

2.2.3.3. Stabilizace radioaktivního odpadu

Cesium je nejhůře stabilizovatelný radionuklid v radioaktivním odpadu. Několik laboratorních studií potvrdilo, že cesium se mnohem méně vylučuje z alkalicky aktivované struskové pasty než z portlandského cementu. Částečným nahrazením strusky zeolity nebo metakaolinem se zvyšuje pórovitost vytvrzené pasty, ale snižuje se vylučování Cs^+ a Sr^{2+} . [4] [5]

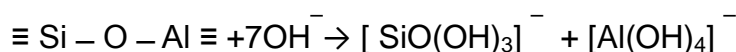
2.3 Alkalický aktivátor

Geopolymery se připravují při normální nebo zvýšené teplotě alkalickou aktivací aluminosilikátů, nejčastěji metakaolinu. Vhodnými aluminosilikáty jsou i některé průmyslové vedlejší produkty, jako metalurgické strusky nebo popílký ze spalování fosilních paliv, které mají mimo jiné vysoký obsah reaktivní aluminosilikátové skloviny, vypálených jíílů. Alkalická aktivace se provádí nejčastěji vysoce koncentrovaným roztokem hydroxidu alkalického kovu nebo křemičitanu (vodního skla). [6] [7]

Ke zlepšení požadovaných vlastností, pevnosti a hutnosti, mohou být použita plniva používaná i do betonu, např. čedič. Struktura odpadních materiálů a geopolymery na jejich bázi je velmi komplikovaná. Reakce metakaolinu nebo popílku s alkáliemi je při běžné teplotě velmi pomalá, ale výrazně se zrychluje s rostoucí teplotou. Reakce probíhá ve třech krocích: rychlé počáteční rozpouštění, které je silně exotermní a na něj navazující indukční perioda, ve které rychlost vývoje tepla klesá. Posledním krokem je exotermická reakce, po níž rychlost vývoje tepla klesá. Vývoj tepla závisí na koncentraci alkalického aktivátoru, poměru vody k pevné fázi a na teplotě. Se zvyšujícím se poměrem vody k pevné fázi se prodlužuje indukční perioda, ale celkové vyvinuté teplo se snižuje. Indukční perioda se zkracuje s rostoucí teplotou. [6] [8]

2.3.1 Mechanismus alkalické aktivace a struktura geopolymérů

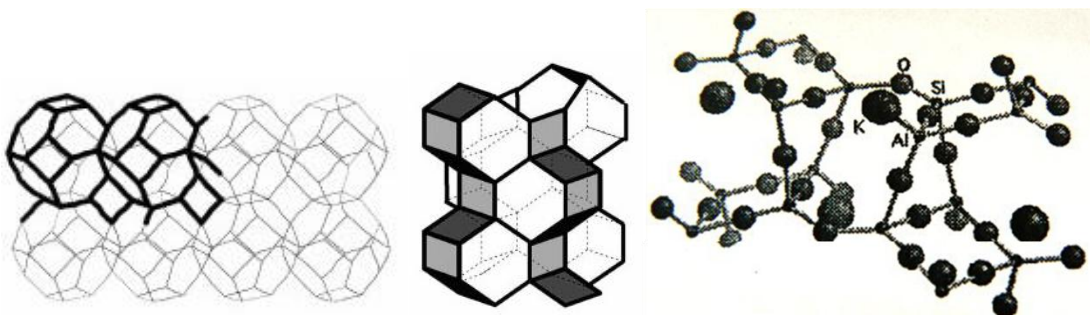
Proces geopolymeryzace začíná hydrolýzou pevného povrchu aluminosilikátu výměnou iontů H^+ s kationty alkalických kovů (Na^+ a K^+) z roztoku. Následujícím krokem je pokračování v rozpouštění aluminosilikátových prekurzorů rozbitím kovalentních vazeb Si-O-Si a Si-O-Al tetraedrů SiO_4 a AlO_4 a vznik reaktivních $[Si(OH)_3]^-$ a $[Al(OH)_4]^-$ v roztoku:



K polymeraci dochází prostřednictvím kondenzace Si a Al uvolňující vodu. Vzniká amorfnní nebo semikrystalická trojrozměrná struktura několika typů:

- poly (sialate), ve kterých je poměr atomů Si:Al=1 a jsou to lineární nebo cyklické polymery se základní jednotkou (-Si-O-Al-O-)
- poly (sialate-siloxo) má poměr Si : Al=2 a základní stavební jednotkou je (-Si-O-Al-O-Si-O-)
- poly (sialate-disiloxo) s poměrem atomů Si : Al=3 a v řetězci se opakuje (-Si-O-Al-O-Si-O-Si-O-)
- poly (siliate-multisiloxo), kde Si:Al>3 a řetězce obsahují můstky Si-O-Al mezi dvěma polysialatovými řetězci.

Sialate je zkratka pro silicon-oxo-aluminate. Mezery v trojrozměrné síti vyplňují kladně nabitě ionty (Na^+ , K^+ , Li^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , NH_4^+ a H_3O^+) a vyrovnávají tak negativní náboj $[Al(OH)_4]^-$. [2]



Obrázek 4: Struktura poly(sialite) (vlevo), poly(sialate-siloxo) (uprostřed), poly(sialate-disiloxo) (vpravo) [2]

2.4 POPÍLKY:

2.4.1 Definice

Popílek je nejjemnější frakce zbytku ze spalování uhlí o zrnitosti 0-1 mm, který je zachytáván v odlučovačích, je to heterogenní materiál, jehož chemické, fyzikální, mineralogické, morfologické a technologické vlastnosti jsou tedy značně rozdílné v závislosti na: [11]

- Kvalitě spalovaného uhlí - dle obsahu hořlaviny, popelovin a vody.

Výhřevnost uhlí závisí na intenzitě a délce trvání karbonifikace a tím na množství obsaženého uhlíku. Nejstarší uhlí je antracit (90-95% C), mladší je černé uhlí (80-90% C) a nejmladší je hnědé uhlí (70%C), lignit (60% C) a rašelina (50% C). [7] [8]

- Technologii spalovacího procesu – dle typu spalovacího zařízení, kam patří výtavný, granulační nebo fluidní kotel, lišící se zejména teplotou spalování, viz Tab. 1. [11] [12]

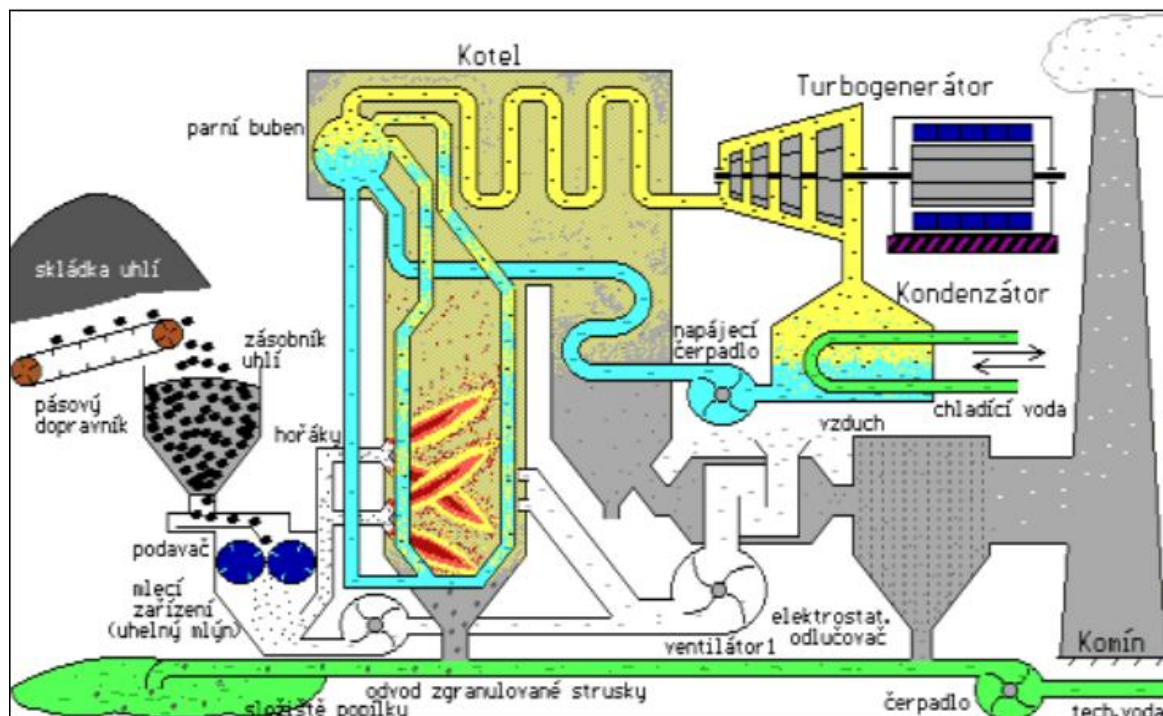
Tabulka 1 : Parametry ohnišť pro spalování uhlí

Spalovací režim	Teplota spalování [°C]	Druh uhlí	Optimální zrnitost [mm]
Výtavné ohniště	1350 - 1550	Černé	0 – 0,2
Granulační ohniště	950- 1100, 1100-1250	Hnědé	0 - 2
Fluidní ohniště ST*	800- 850	Černé, hnědé	1,6 – 6,5
Fluidní ohniště CIR**	800- 850	Černé, hnědé	< 6.5

ST* - fluidní ohniště se stacionární fluidní vrstvou

CIR** - fluidní ohniště s cirkulující fluidní vrstvou

ZDROJ POPILKU:



Obrázek 5: zdroj popílku [7]

2.4.2 Fluidní popílky

Zdrojem elektrické energie bude ještě řadu let spalování uhlí, proto je nutné věnovat pozornost nejen exhalacím, ale i tuhým zbytkům po spalování. Většina tepelných elektráren nyní pracuje s fluidní technologií spalování tuhých paliv, kdy se mleté uhlí (lignit) spaluje s přidavkem vápence jako sorbentu při relativně nízké teplotě 800-850°C, která je optimální pro absorpci oxidu siřičitého vznikajícím vápnem. Tuhé zbytky fluidního spalování jsou tedy směsí minerálního podílu paliva s produktem odsíření a přebytku sorbentu vypáleného na volné vápno. Používá-li se jako sorbentu dolomitický vápenec, obsahují tuhé zbytky vyšší obsah oxidu hořečnatého, což je pro použití ve stavitelství nepříznivé. Nízká teplota fluidního spalování také potlačuje tvorbu oxidů dusíku- NO_x a řadí se tak do tzv. technologie čistého uhlí. [11]

2.4.3 Mineralogické složení

Fluidní popílky jsou charakteristické vyšším obsahem Ca, který je přidáván do spalovacího procesu nejčastěji ve formě vápence kvůli odsíření. Krystalickou fází tvoří následující mineralogické novotvary [popílky]: anhydrit Ca SO_4 , portlandit Ca (OH)_2 , sádrovec $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, kalcit CaCO_3 , křemen SiO_2 , hematit Fe_2O_3 , magnetit Fe_3O_4 , bazanit $\text{CaSO}_3 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$, ettringit $\text{Ca}_6\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3(\text{OH})_{12} \cdot 26\text{H}_2\text{O}$, hanebachit $\text{CaSO}_3 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$, traumazit $\text{Ca}_6\text{Si}_2(\text{SO}_4)_2(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_{12} \cdot 24\text{H}_2\text{O}$, tobermorit $\text{Ca}_5\text{Si}_6\text{O}_{16}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ [3]. [12]

Popílky můžeme dělit podle hydraulicity na aktivní a neaktivní:

- **Aktivní složky:**
 - hydraulické amorfní (amorfni bazické strusky s vysokým obsahem Al_2O_3 , část sklovité fáze, aktivní SiO_2),
 - hydraulické krystalické (metakaolinit, hlinitany),
 - nehydraulické (CaO, MgO, anhydrid),
 - budiče (sulfidy, alkalické soli).
- **Neaktivní složky:**
 - nespálené uhlí,
 - struska s vysokým podílem SiO_2 ,
 - krystalické složky (křemen, mullit). [6] [11]

2.4.4 Chemické složení

Popílek je heterogenní materiál z částic s rozdílným chemickým složením a je v přímém vztahu ke složení původního uhlí z něhož spálením vynikl.

Charakteristické chemické složení popílků vzniklých spalováním černého a hnědého uhlí je v Tabulce 2. [11]

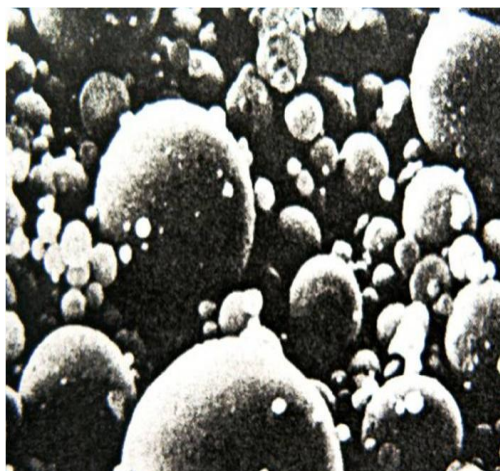
Tabulka 2 : Charakteristické složení popílků

Chem.složka	SiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO	TiO ₂	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃
Černé uhlí [%]	50- 57	25- 30	3,5-8	0-1	2- 4	1,5-3	2,5-5	0,2- 2	0,5- 1,2
Hnědé uhlí[%]	43- 60	19- 34	3,0-6	1- 7	4- 6	0- 2	0- 2	0,5-1	0- 5

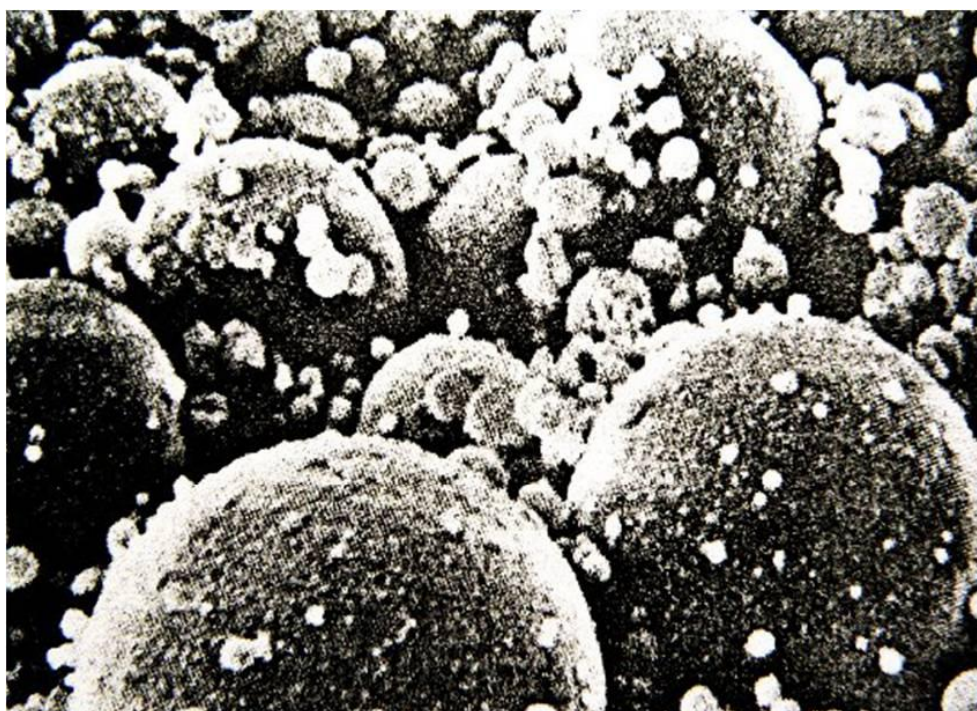
2.4.5 Popílký z vysokoteplotního spalování

Vysokoteplotní popílký vznikají spalováním uhlí při teplotách mezi 1200 a 1700 °C. Toto spalování vyžaduje následné odsiřování spalin, které se provádí vápnem nebo vápencem a produktem je nejčastěji dihydrát síranu vápenatého – sádrovec. [13]

Obsahuje-li uhlí karbonáty, pak se při klasickém spalování vytváří oxid vápenatý a jeho reakcí s oxidem siřičitým (SO₂) síran vápenatý, který se při teplotách nad 1100°C rozkládá na CaO, SO₂ a kyslík (O₂). Vzhledem k vysoké teplotě spalování je zde však CaO málo reaktivní. Jedná se o tzv. mrtvě pálené vápno, jehož obsah v klasických popílcích není žádoucí pro aplikace ve stavebnictví, protože dochází ke zpožděné hydrataci, která může být důvodem objemové nestability kompozitů vyrobených z těchto popílků. Vysokoteplotní popílký můžeme dale dělit na křemičité (s nízkým obsahem CaO) a vápenaté (s vysokým obsahem CaO). Křemičité popílký - odpovídají třídě F podle ASTM C 618-89 (2003), vznikají z antracitu a černého uhlí. Jsou poměrně bohaté na SiO₂ a Al₂O₃, $\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 > 70 \%$, a obsahují málo CaO a MgO. Vápenaté popílký - odpovídají třídě C podle ASTM C 618-89 (2003). Vznikají z hnědého uhlí nebo lignitu. Obsahují méně SiO₂ a Al₂O₃ než třída F, $70 \% > (\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3) > 50 \%$, ale větší množství CaO. Vápenaté popílký mohou obsahovat také volné CaO, MgO, trikalciurní aluminát (3CaO·Al₂O₃), dikalcium silikát (2CaO·SiO₂) a CaSO₄. Oba popílký obsahují především kulovité částice, ale třída F má povrch částic čistý, zatímco třída C má na povrchu nános různých kondenzátů v podobě alkálií a sulfátů. [12] [13] [14]

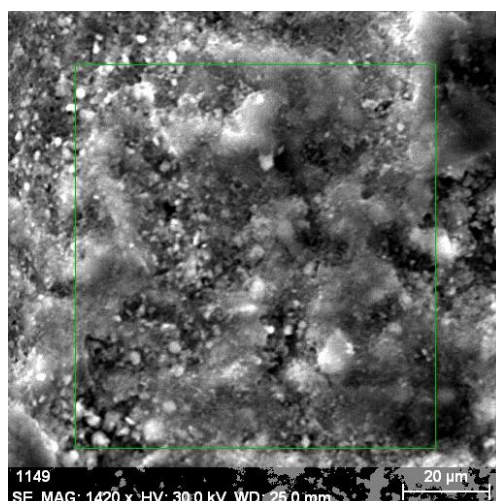


Obrázek 6: Povrch částic popílku třídy F

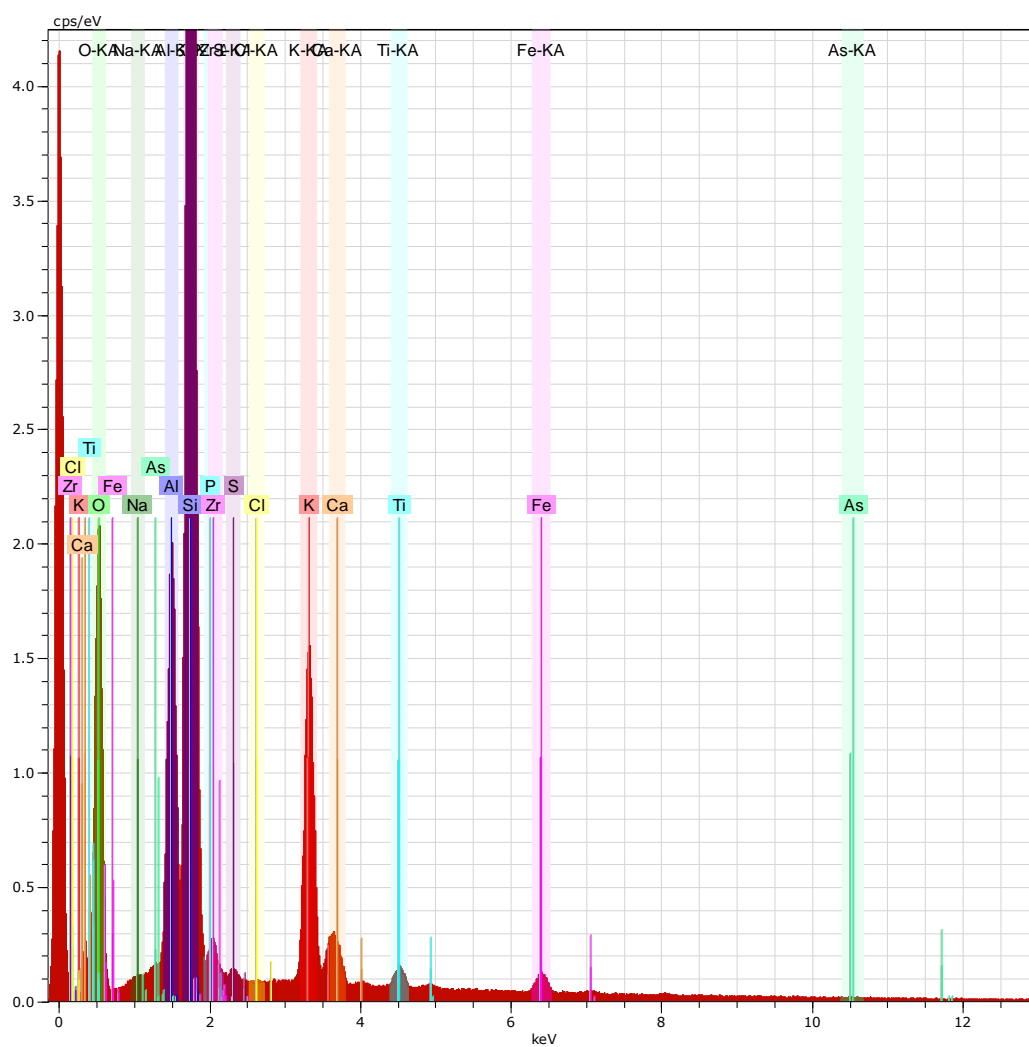


Obrázek 7: Povrch částic popílku třídy C

2.4.6 Geopolymer s popílkem



Obrázek 8: Geopolymer s popílkem



3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

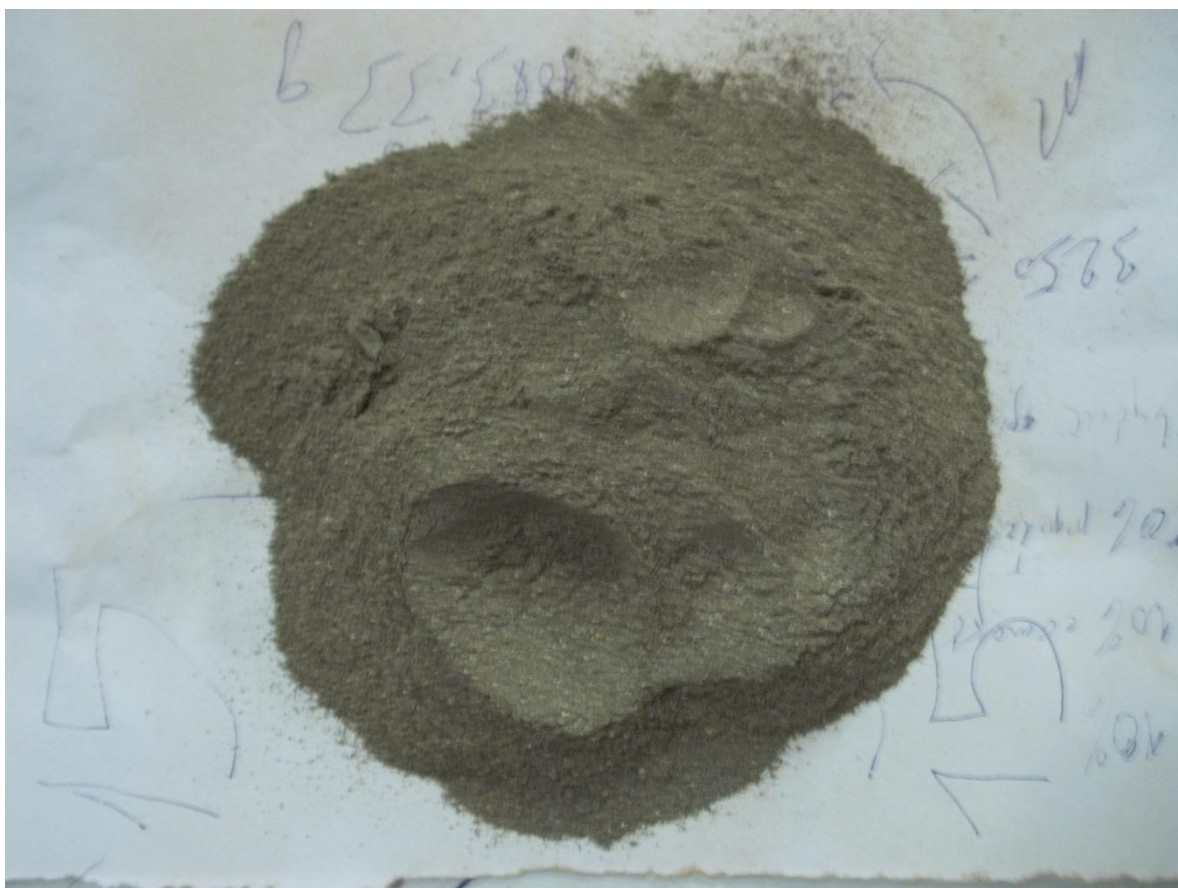
3.1. Volba složení vzorků

Byl zvolen popílek K6-LF. Když zvýšíme u popílku K6- LF mechanické vlastnosti, tak nám poslouží jako plnivo do geopolymu. [5]

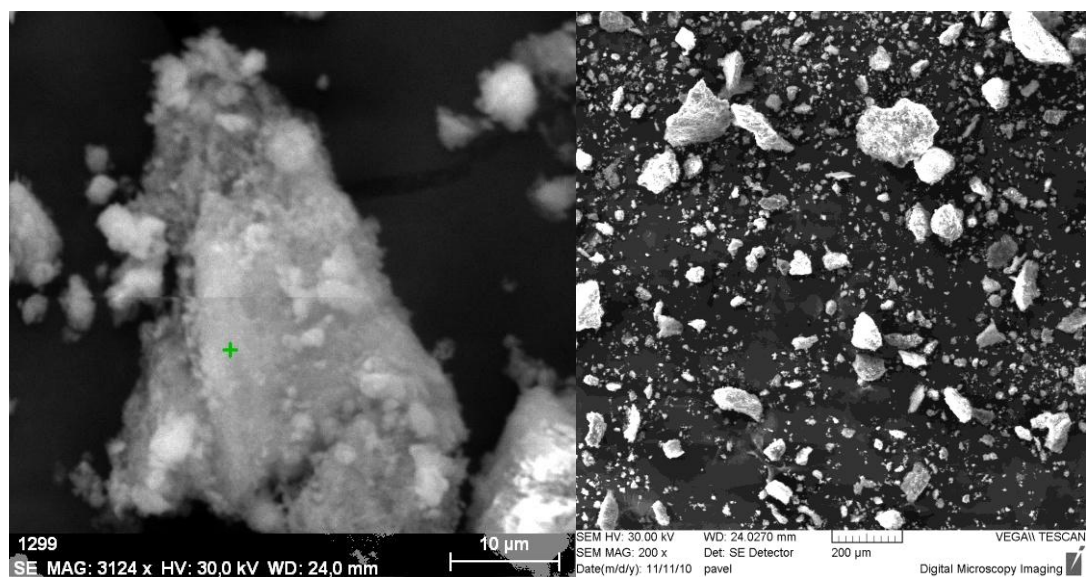
Byl použit geopolymu s označením BAUCIS 160 jako pojivo.

3.1.1 Popílek K6 - LF

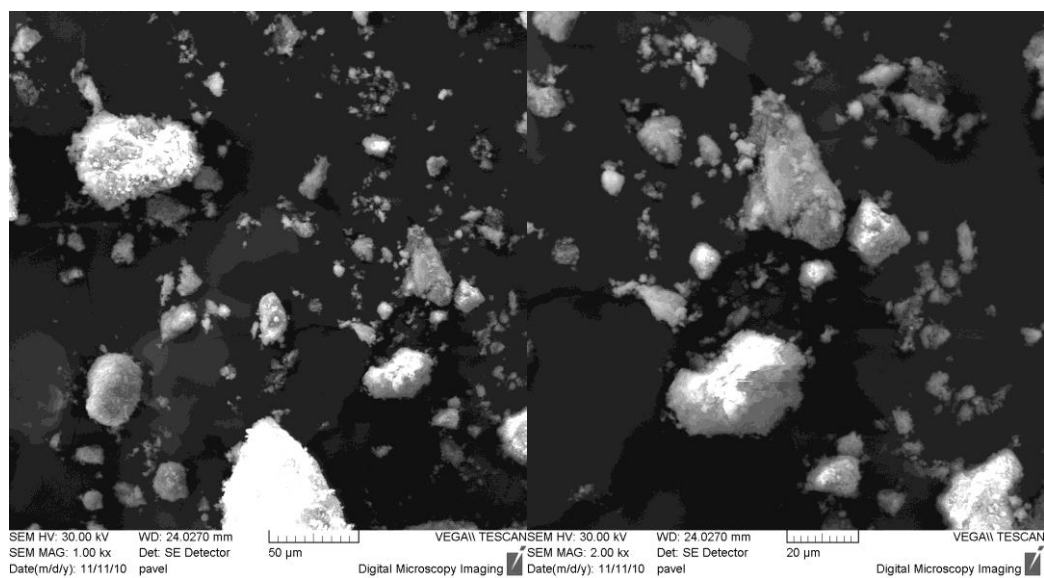
K6-LF je druh popílku, který pochází z města Komořany v České republice. Díky chemickému složení a znečišťujícím látkám je šedivé barvy. Částice popílku mohou mít ostrý, špičatý, kulatý tvar o velikosti od 1 μm do 30 μm . [5]



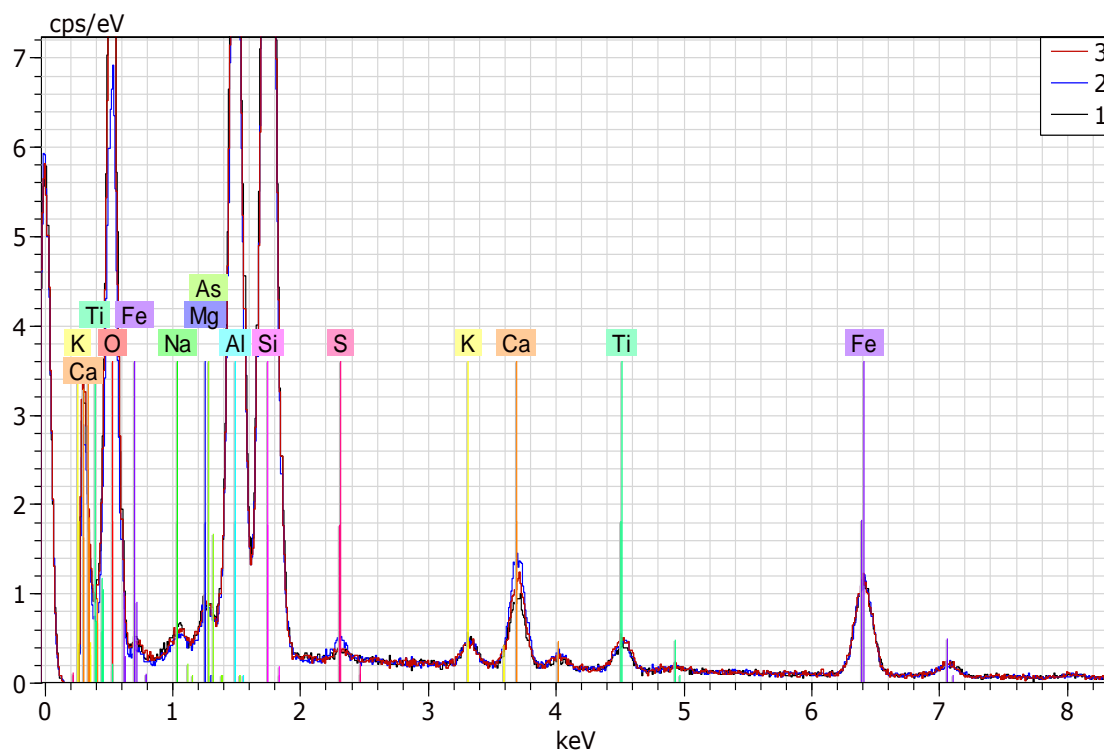
Obrázek 10: Popílek K6- LF za normálních podmínek.



Obrázek 11: Popílku K6- LF za normálních podmínek



Obrázek 12: SEM Popílku K6- LF za normálních podmínek



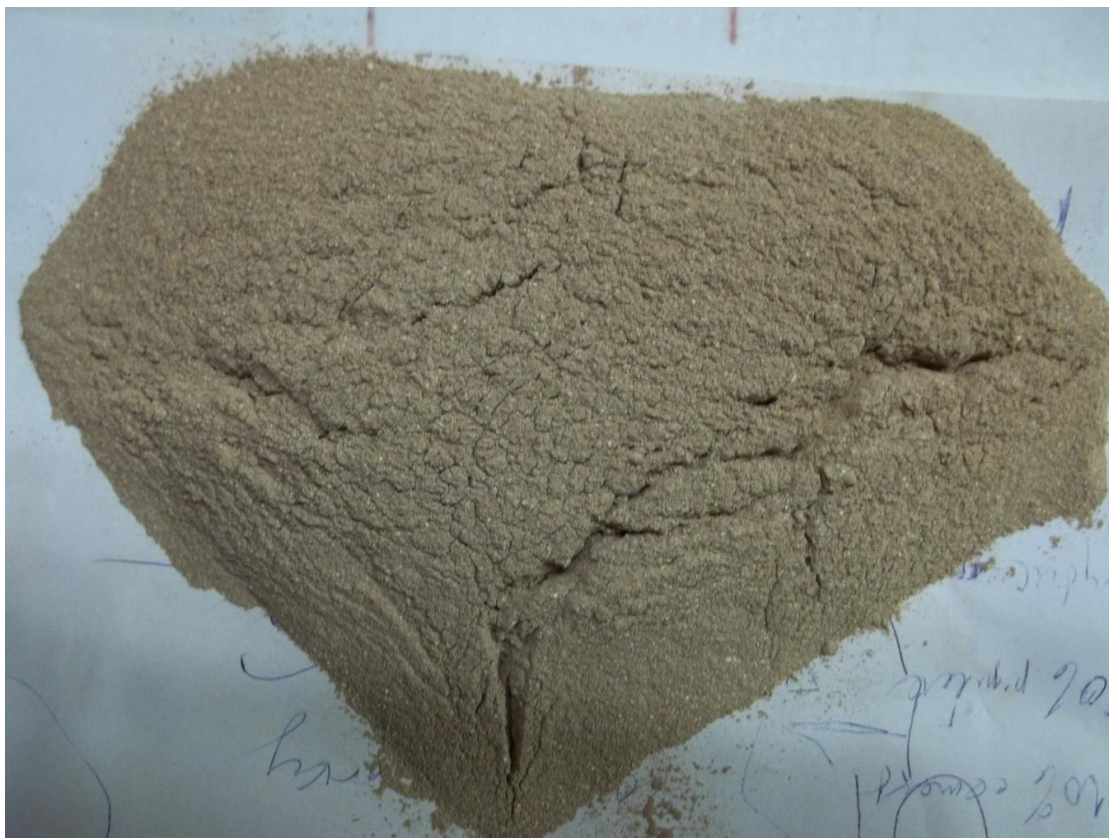
Obrázek 13: Chemické složení popílku K6- LF za normálních podmínek

Tabulka 3 : Chemické složení popílku K6- LF za normálních podmínek

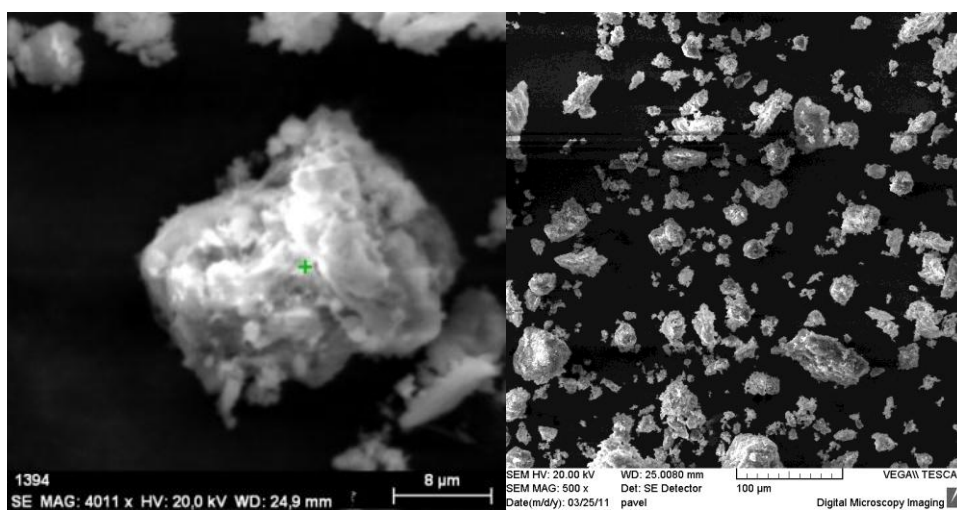
Atom[%]	O	Na	Mg	Al	Si	S	K	Ca	Ti	Fe	As	Zr
K6- LF	52,81	1,81	0,97	14,73	23,97	0,39	0,41	1,69	0,57	2,57	0,09	0.1

3.1.2 K6-LF popílku po zahřívání při vysokých teplotách

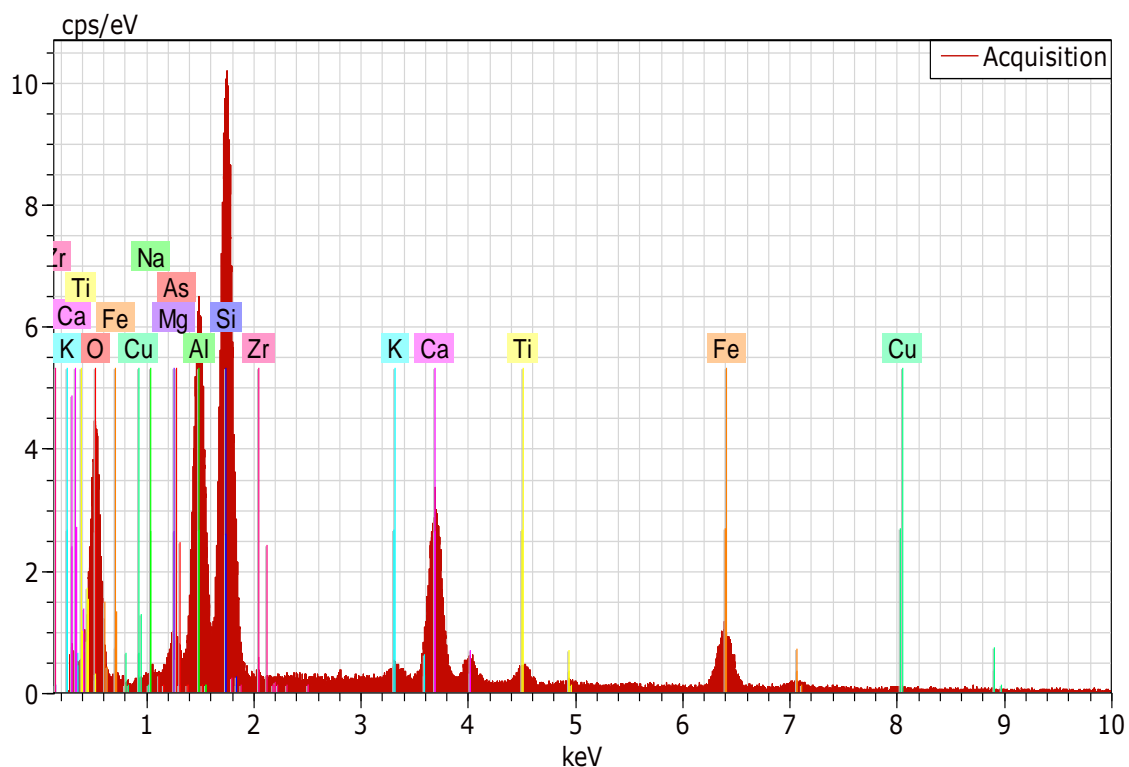
Po ohřevu popílku při vysokých teplotách popílku K6-LF bylo zjištěno, že objem popílku K6-LF se zmenší a sníží svoji hmotnost, z důvodu vyhoření části chemických prvků obsažených v popílku, a to zejména při zahřátí na 1000 °C. Popílek K6-LF změní barvu z šedé na červenohnědou. [5] [11]



Obrázek 14: K6-LF popílků po zahřívání při vysokých teplotách



Obrázek 15: SEM K6-LF popílků po zahřívání při vysokých teplotách



Obrázek 16: Chemické složení popílku K6- LF po zahřívání při vysokých teplotách(1000 °C)

Tabulka 4 : Chemické složení popílku K6- LF po zahřívání při vysokých teplotách(1000 °C)

Atom[%]	O	Na	Mg	Al	Si	Cu	K	Ca	Ti	Fe	As	Zr
K6- LF	58,13	0,32	1,1	12,01	17,45	0.39	0,47	5,82	0,52	3,38	0,25	0,17

3.1.3 Hmotnosti ztráty

Tabulka 5 : Hmotnosti ztráty

°C	20	200	400	600	800	1000
Hmotnosti ztráty [%]	0	0,177	0,29	0,395	0,476	0,511

2.1.4 Baucis L 160

Baucis: příručka pro uživatele popisuje výrobu vysokopevnostního cementu. Tuto Baucis sadu je možné skladovat 12 měsíců. U Baucis L160 je počáteční doba tuhnutí méně než 160 minut (začínající od mixování pojiva), následovaná dobou tuhnutí 70 minut, celkem 230 minut od počátku mixování až po konečné vytvrdnutí pojiva při pokojové teplotě (20°C). Doba tuhnutí závisí na pokojové teplotě.



Obrázek 17: Baucis L 160

3.1.5 Pokyny pro použití pojiva Baucis na jednotlivé aplikace

- 1) Bylo připraveno 5 váhových dílů cementu (část A), 4 váhové díly aktivátoru (část B) a kolem 50% až 200% plniva v závislosti na zrnitosti. Obecné množství plniva u frakce 0-0,2 mm je 50- 75%, 0- 0,5 mm 75- 125%, 0- 1 mm 125-150% a 0- 2mm 150-- 200%.
- 2) Byl nalit aktivátor do cementu.
- 3) Dávka byla namíchána v mixeru do získání tekuté pasty (cca 2 minuty). Poté mixujeme dalších cca 5- 8 minut.
- 4) Přidáme průběžné plnivo do pasty a mícháme 5 minut (jestliže mixujeme pastu ručně, využití vibrací se doporučuje hlavně po mixování cementu s aktivátorem a po mixování pasty s plnivem).
- 5) Byla vlita směs do formy na vibračním stole za provozu postupně od středu formy k okrajům. Použití oddělovače (různý druh organického oleje - slunečnicový kokosový, řepkový) je nutné v případě použití kovové formy. Po odlití směsi uzavřeme formu polymerovou vrstvou zabranující odpaření vody.
- 6) Necháme to přes noc ztuhnout, pokud to je nutné vyndáme vzorek po 6 - 7 hodinách a postupujeme dále dle bodu 8.
- 7) Zařízení může být lehce očištěno vodou před tím než směs úplně ztuhně.
- 8) Jakmile je to ztvrdlé, vzorky se vloží do plastického sáčku a hermeticky se uzavřou. Poté je uskladníme nejméně 5 dnů při pokojové teplotě. Než úplně ztvrdnou, můžeme lehce provést povrchovou úpravu. Všimáme si černo - zelené barvy vzorků během prvního dne: je to známkou probíhající řádné chemické reakce.
- 9) Po pěti dnech vyjmeme vzorky a všimneme si, že barva (na povrchu) se vrátila do původní podoby. V závislosti na rozměru vzorku se barva mění uvnitř (viditelné na lomu) postupně během dalších 5 - 21 dnů sušením na vzduchu.

3.1.6. Druhy použitých forem a jejich užití

Rozměry forem : $\Phi 46 \times 100$ mm.

Bylo použito 20 forem které byly položeny vedle sebe, vyrobeny z polypropylenu. Vzorky odlité z této formy sloužily k měření tvrdosti, hustoty a k měření potlačování. Měření byla prováděna 4 krát v průběhu zrání vzorku (7 dní, 14 dní, 28 dní, a 90 dní).



Obrázek 18: válcová formy: $\Phi 46 \times 100$ mm

3.2 Technologie výroby vzorků

Výroba geopolymerního vzorku probíhala podle následujícího postupu. Platí pro všechny vybrané druhy geopolymerního kompozitu.

Možnost použití vzorku pro další účely je celkem za 90 dní. Po tuto celou dobu probíhá zrání a jeho měření.

3.2.1 Příprava geopolymerní hmoty

Zvolíme si celkovou hmotnost geopolymerního kompozitu. Jeho velikost závisí na rozměru formy, do které se bude vzorek odlévat. Rozpočítáme hmotnosti

jednotlivých složek dle procentuálního složení (hmotnost geopolymery a plniva). Pokud musíme přidat aktivátor, tak hmotnost aktivátoru počítáme z celkové hmotnosti geopolymerního kompozitu (v něm hmotnost aktivátor není započítána) dle procentuálního podílu.

Nejdříve si připravíme popílek K6-LF, poté oddělíme 1 díl popílku K6-LF. Následně zahřejeme na teplotu kolem 1000°C . Necháme vychladnout při normální teplotě. Vezmeme si dostatečně velkou a čistou nádobu. Dáme ji na váhu, která byla předtím vynulována. Poté do nádoby dáme vypočtené množství cementu. Dále připravíme 5 váhových dílů cementu. Váhu znovu vynulujeme a přidáme vypočtené množství aktivátoru. Připravíme si 4 váhové díly aktivátoru. Následně vše důkladně promícháme. Mícháme 5 až 10 minut. Potom váhu znovu vynulujeme a přidáme vypočtené množství popílku při teplotě cca 20°C a dále opakujeme za teploty cca 1000°C . Poté vše důkladně smísíme. Mícháme 5 až 15 minut, dokud dané složky nebudou důkladně promíchány (zhomogenizovány). Když budeme přidávat aktivátor do vzorku, váhu opět vynulujeme a přidáme poloviční množství aktivátoru, promícháme. Po částečném promíchání dáme nádobku s hmotou na váhu, vynulujeme, přidáme zbytek množství aktivátoru a důkladně hmotu promícháme.

Postup míchání geopolymerní hmoty:



Obrázek 19: Vlevo vzorek popílku, vpravo, pec ve které byl popílek vyhříván 1000°C



Obrázek 20: Vlevo vzorek popílku, vpravo – nádoba na rozmíchání geopolymerní směsí



Obrázek 21: Rozmíchávání geopolymerní směsí



Obrázek 22: Rozmíchávání geopolymerní směsí vlevo, vpravo přidávání plniva - popílku



Obrázek 23: Rozmíchávání geopolymerní směsí s plnivem

Postup odlití geopolymerní hmoty do formy:



Obrázek 24: Odlevání geopolymerní směsí do forem



Obrázek 25: Odlevání geopolymerní směsí do forem



Obrázek 26: Vibrační zařízení – vibrace vzorků pro odstranění nehomogenit (pórů)

3.3. Vyjmutí vzorku z formy

Necháme vzorky při normální teplotě od 6 až 7 dní. Po vyjmutí vzorku z formy, odbrousíme nerovnosti a vyznačíme si místa, kde budeme měřit rozměry. Na takto připraveném vzorku provedeme první měření. Dále změříme vnitřní formy pro daný vzorek. Poté necháme vzorek zrán mimo formu.

3.4. Zrání vzorku a průběh měření veličin geopolymerního kompozitu

Uvnitř vzorku během doby zrání probíhají změny (smrštění, změna hustoty a mechanických vlastností). Zrání probíhá další 3- 4 týdny po vyjmutí z formy. Každý týden na vzorku probíhá měření rozměrů, tvrdosti, hmotnosti a stlačitelnost.

3.5. Obrobení vzorků

Po dozrání jsou boční plochy vzorků obrobeny různými technologiemi a broušením. Spodní strana zůstane odlitá, tedy neobrobená. S vrchní plochou se nic nedělá (zůstane na popisek vzorků).

3.6. Měření rozměrů

Na vyrobených vzorcích a jejich formách byly měřeny rozměry. Na vzorcích byla vyznačena místa, kde se bude vzorek opakovaně měřit během procesu zrání. Byla měřena šířka, hloubka a délka vzorku. Během zrání se vzorek mírně prohнул ke spodní straně, což mělo značný vliv na délku vzorku, a proto bylo zvoleno k měření délky místo na vrchní straně. K měření bylo použito posuvné měřítko.



Obrázek 27: Posuvné měřítko



Obrázek 28: Měření rozměrů vzorků

3.7. Měření hmotnosti

Při procesu zrání docházelo k úbytku hmotnosti vzorku. Ta byla kontrolována vždy, když docházelo k měření rozměrů. K měření hmotnosti byla užita digitální váha. [15]

3.8. Měření tvrdosti

K měření tvrdosti bylo použito digitálního tvrdoměru MH-180 (Leeb tester) se sondou typu D. [15]

Tvrdoměr MH-180: Vyznačuje se jednoduchým ovládáním, kdy každá klávesa přímo vybírá a mění zvolené funkce



Obrázek 29: Digitální tvrdoměr MH-180 (Leeb tester)

- Široký měřicí rozsah pro měření tvrdosti na všech kovech. Měření na principu LEEB – dynamická odrazová metoda.
- Velký LCD displej, přehledně zobrazující všechny funkce a nastavené parametry.
- Možnost použití všech sedmi sond vhodných i pro speciální aplikace.
- Měření v libovolném úhlu včetně směru nahoru.
- Přímé zobrazení stupnice tvrdosti HRB, HRC, HV, HB, HS, HL
- Velká paměť pro uložení až 100 skupin (včetně výpočtu průměru z 1 ~ 32 hodnot) informace uloženy včetně naměřené hodnoty, střední hodnoty, směru rázu, materiálu a stupnice tvrdosti apod.
- Ukazatel zbývajících kapacity baterie
- Možnost kalibrace – nastavení na etalonu tvrdosti
- Software pro připojení k PC přes RS232 port. Nebo pro přímé napojení mikrotiskáren.
- Výdrž až 100 hodin s dvěma alkalickými bateriemi (AA), automatické vypnutí pro úsporu energie.
- Rozměry: 150 × 74 × 32 mm
- Váha: 245 g
- Měřicí rozsah: HLD (170 ~ 960) HLD
- Přepočet pro měření v úhlech: 0 ~ 360 °
- Stupnice tvrdosti: HL, HB, HRB, HRC, HRA, HV, HS
- Displej: segmentový LCD
- Pracovní teplota: 0 ~ +40
- Skladovací teplota: -30 °C ~ +60 °C °C;
- Relativní vlhkost: ≤ 90%;
- Okolní prostředí: vyvarovat se vibrací, silného magnetického pole, korozivního prostředí a prachu.
- Pro měření byla však použita stupnice Vickerse (HV), která je známější. V ojedinělých případech jsem byl nucen použít stupnici Leeba, z důvodů nižší tvrdosti povrchu, jež byla mimo stupnici Vickerse. Tvrdost byla měřena na třech různých místech ve spodní části vzorku. Z naměřených hodnot se

vypočítala průměrná tvrdost. Při každém zjišťování hmotnosti vzorku bylo prováděno jeho měření. Během měření bylo pozorováno tvrdost, zda v době zrání klesá nebo stoupá, stejné se opakovalo u degradace povrchu. [15]



Obrázek 30: Postup měření tvrdost vzorky

3.8.1. Princip měření Leeb tvrdosti (dynamická metoda)

Dynamická (odrazová) metoda: norma se týká dynamické metody (označována také jako odrazová). Měření je prováděno pomocí tvrzené kuličky vystřelené směrem k testovanému objektu. Na povrch naráží definovanou rychlostí resp. kinetickou energií. Nárazem vzniká deformace povrchu, díky které vnikací tělísko ztrácí část své energie. Ztráta energie je tím větší, čím větší je deformace – tedy čím je materiál měkčí. U tvrdších materiálů je deformace menší. Jako vnikací tělísko je použita kulička ze slinutých karbidů, která je vystřelena k testovanému povrchu pružinou, popř. u velmi tvrdých materiálů kulička diamantová. Ztráta energie je vyjádřena poměrem rychlosti vnikacího tělíska před a po dopadu na testovaný povrch. Tento poměr vyjadřuje jednotku tvrdosti dle Leeba:

$$HL = \frac{V_R}{V_I} * 1000$$

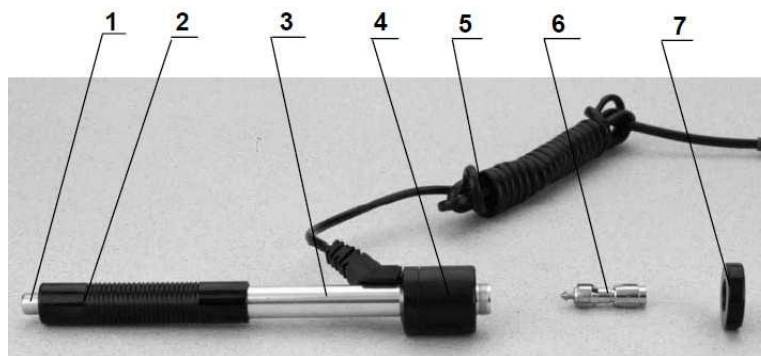
V_R - rychlost před dopadem,

V_I - rychlost po dopadu.

Měřenou hodnotu může ovlivnit (popř. měření znemožnit) celá řada vnějších vlivů: např. tuhost zkoušeného tělesa (jeho geometrie a hmotnost, upevnění), kvalita povrchu, struktura povrchové vrstvy (popř. hloubka jejího odbroušení), opotřebení měřící kuličky. [16]

Tabulka 6: Měřící sondy dle ASTM A 956-0

Sonda	Popis, použití
D	Základní sonda pro běžné aplikace – zkouška tvrdosti ocelových odlitků, výkovků, hliníkových slitin, měděných slitin, litinové odlitky
DC	Speciální sonda pro měření ve stísněných místech (např. ve vývrtech), materiál viz D
D + 15	Speciální štíhlá sonda pro měření ve špatně přístupných místech (např. drážky), materiál viz D
G	Zvětšené rozměry a nárazová energie, použití na rozměrnějších a hmotnějších dílech, zvýšená přesnost, ocelové výkovky a odlitky, zápustky, litinové odlitky
C	Speciální sonda se zmenšenou nárazovou energií pro měření malých a tenkých dílů
E	Speciální sonda s diamantovým vnikacím tělískem pro měření tvrdých materiálů



Obrázek 31: Části digitálního tvrdoměru MH-180 (Leeb tester)

1 – uvolňovací tlačítko, 2 – zachytávací trubice, 3 – vodící trubka, 4 – snímací cívka, 5 – propojovací kabel, 6 – dopadová sonda, 7 – podpěrný kroužek.

3.9 Testů pevnosti v tlaku

Byly použity standardní zkušební metody pro pevnost v tlaku betonu a malt - VEB Werktoff Prufmaschinen Lipsku, 500 kN a standardní zkušební metody pro pevnost v tlaku hydraulické-cementové malty - ASTM C 31 / C 31M-03A. Tyto metody se používají k určení pevnosti v tlaku na betonu a hydraulických cementových maltách v tříbodovém uspořádání . Tyto tlakové testy jsou na univerzálním trhacím stroji model *Werktoff Prufmaschinen Leipzig* (maximální zatížení snímače: 500 kN) okolní teplota kolem 23 ± 2 °C, relativní vlhkost 65% (obr. 21). Hodnoty jsou průměrné hodnoty ze čtyř samostatných testů. Údaje, které se odchýlovaly více než 10% byly odstraněny. [17]



Obrázek 32: Univerzální zkušební stroje - *Werktoff Prufmaschinen Leipzig*, 500 kN

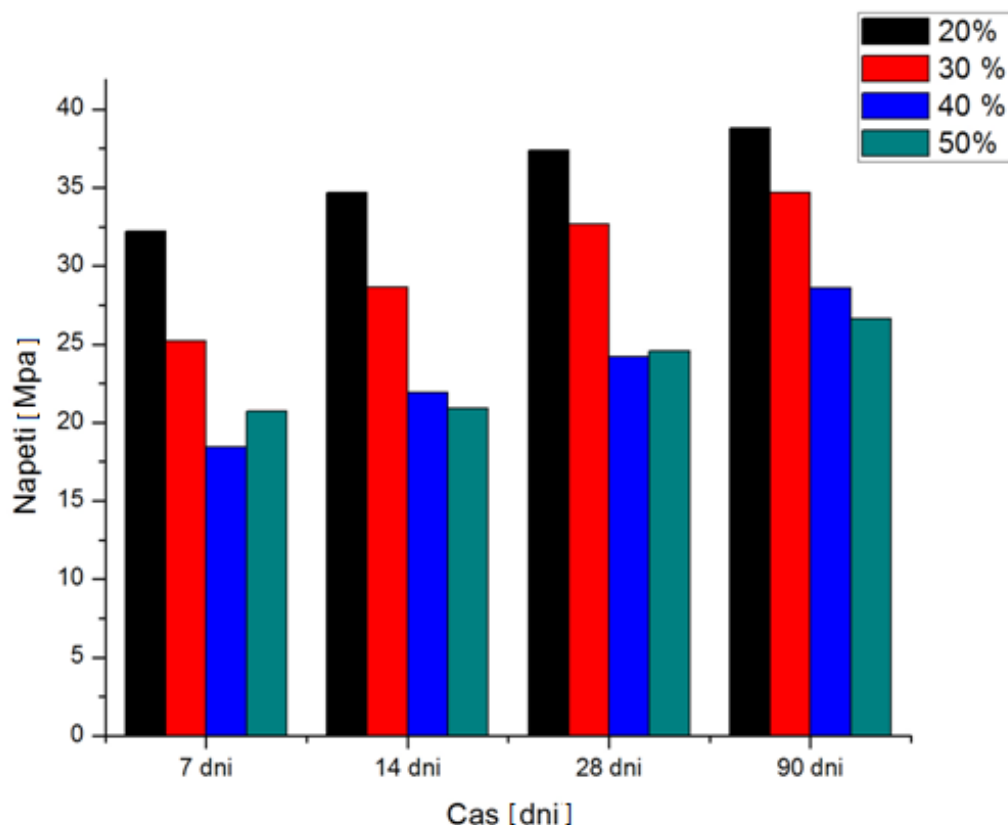
4. Výsledky a vyhodnocení

4.1 Popílek po ohřevu při 200 °C

Tabulka 7: Mechanické vlastnosti geopolymerní malty před a po upravením K6_LF popílku na 200 °C

200 °C	Dny	[%] Popílku	Tvrdost [HV]	Hustota [g/cm³]	Napětí [Mpa]
	7 dny	20 %	248 ± 12	1,80	32,23 ± 3
		30 %	249 ± 12	1,82	25,22 ± 3,9
		40 %	237 ± 6	1,67	18,44 ± 1,4
		50 %	216 ± 2	1,65	20,72 ± 5,6
	14 dny	20 %	321 ± 10	1,66	34,69 ± 2,2
		30 %	303 ± 9	1,67	28,63 ± 5,9
		40 %	280 ± 2	1,64	21,92 ± 1,1
		50 %	245 ± 19	1,64	20,91 ± 0,1
	28 dny	20 %	338 ± 9	1,60	37,40 ± 6,1
		30 %	314 ± 2	1,62	32,67 ± 1,8
		40 %	286 ± 6	1,46	24,21 ± 2,2
		50 %	251 ± 2	1,42	24,55 ± 1,4
	90 dny	20 %	351 ± 6	1,60	38,80 ± 2
		30 %	318 ± 3	1,57	34,66 ± 3,9
		40 %	288 ± 4	1,45	28,59 ± 5,3
		50 %	260 ± 3	1,41	26,64 ± 0,6

4.1.1 Výsledky diagram geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF po zahřívání při 200 °C



Obrázek 33: Pevnost v tlaku geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF po zahřívání při 200 °C

4.1.2 Vyhodnocení

Z tabulky 4 a z obrázku 18 lze vyčíst tvrdost a pevnost v tlaku materiálu.

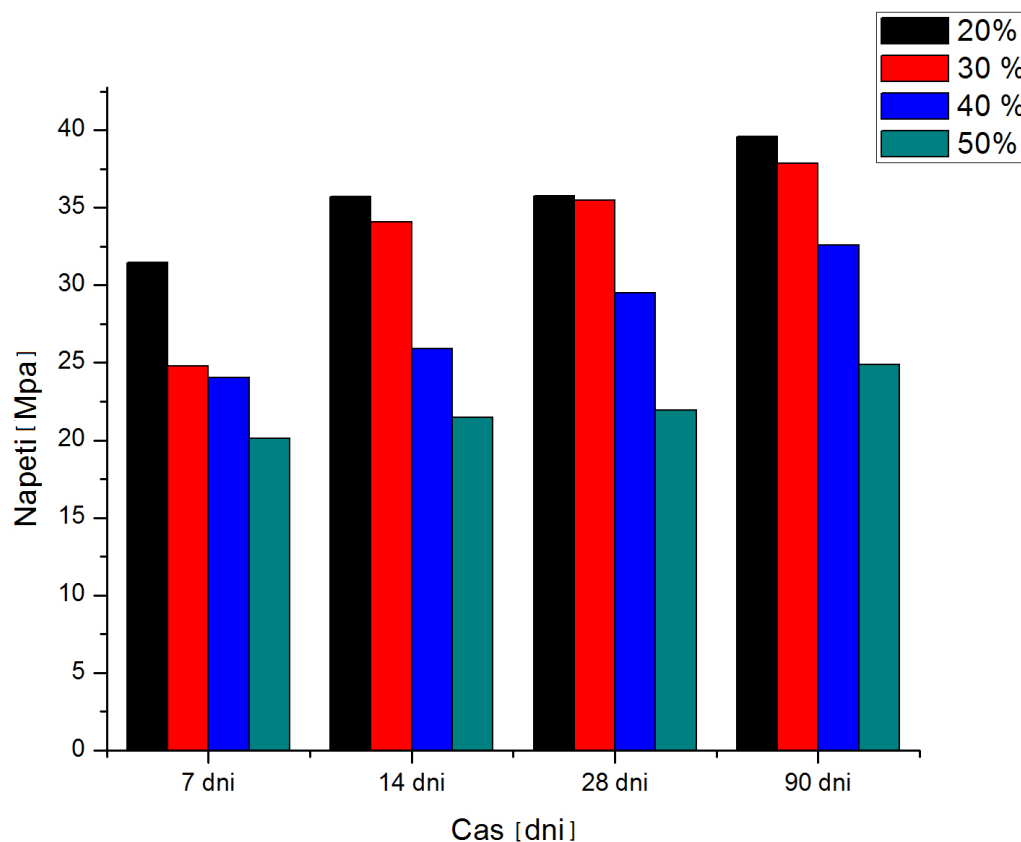
Mechanické vlastnosti (hustota, tvrdost, pevnost v tlaku) měřených vzorků se v průběhu pozorování, které trvalo 90 dní, neměnily. Nejvyšší tvrdosti a pevnosti v tlaku dosahovaly vzorky s 20% objemovým podílem popílku. Na druhé straně vzorky s 50% objemovým podílem popílku měly tvrdost a pevnost v tlaku nejnižší.

4.2 Popílku po ohřevu při 1000 °C

Tabulka 8: Mechanické vlastnosti geopolymerní malty před a po upravení K6_LF popílku na 1000 °C

1000 °C	Dny	[%] popílku	Tvrdost [HV]	Hustota [g/cm³]	Napětí [MPa]
	7 dny	20 %	245 ± 2	1,85	31,48 ± 1,2
		30 %	254 ± 7	1,88	24,81 ± 1,8
		40 %	243 ± 4	1,84	24,05 ± 2,4
		50 %	190 ± 12	1,83	20,12 ± 1,9
	14 dny	20 %	285 ± 12	1,76	35,72 ± 4,4
		30 %	302 ± 8	1,75	34,06 ± 3,1
		40 %	247 ± 6	1,77	25,89 ± 0,4
		50 %	217 ± 19	1,70	21,46 ± 2,2
	28 dny	20 %	311 ± 8	1,61	35,77 ± 7,9
		30 %	311 ± 8	1,59	35,5 ± 5,3
		40 %	249 ± 4	1,55	29,48 ± 0,7
		50 %	225 ± 8	1,56	21,94 ± 0,7
	90 dny	20 %	317 ± 2	1,60	39,59 ± 3,2
		30 %	314 ± 5	1,58	37,86 ± 6,7
		40 %	251 ± 1	1,54	32,6 ± 0,8
		50 %	230 ± 5	1,54	24,9 ± 4,6

4.2.1 Výsledky diagram geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF po zahřívání při 1000 °C



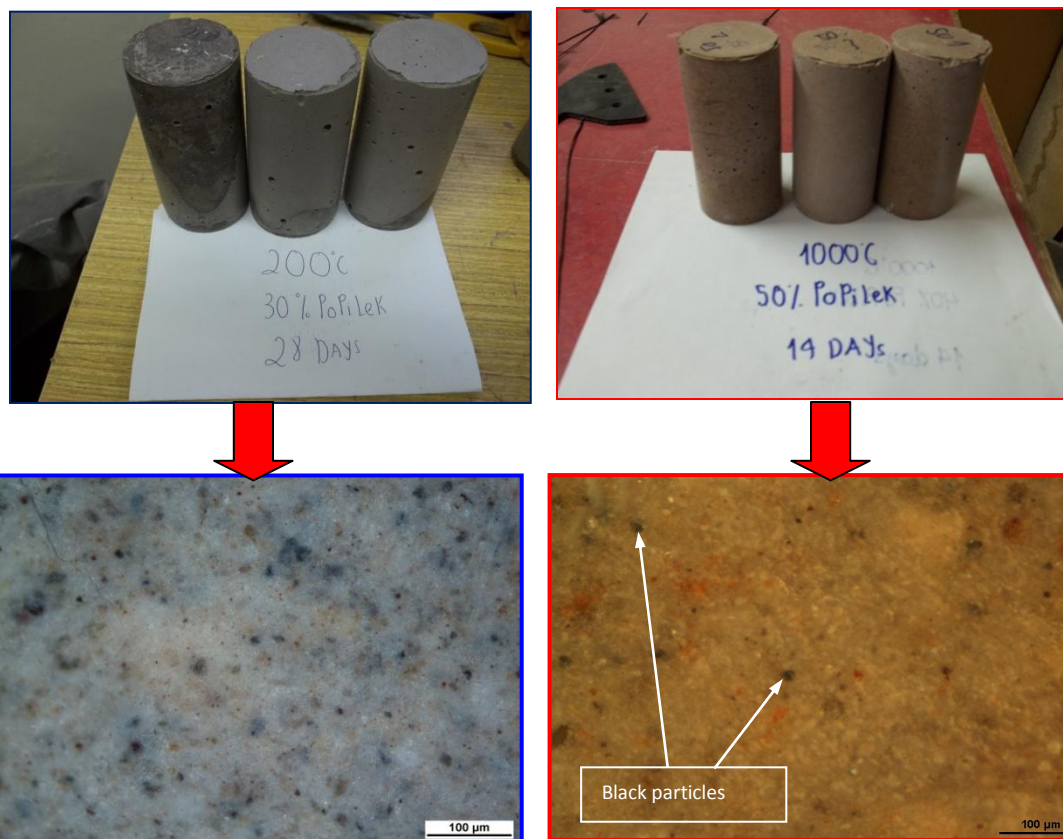
Obrázek 34: Pevnost v tlaku geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF po zahřívání při 1000 °C

4.2.2 Vyhodnocení

Vývoj mechanických vlastností (hustota, trvdost, pevnost v tlaku) měřených vzorků, které byly vypéleny na 1000° C, je uvedeno na grafu 19. Pozorování trvalo 90 dní. Nejvyšší tvrdosti a pevnosti v tlaku dosahovaly vzorky s 20% objemovým podílem popílku. Na druhé straně vzorky s 50% objemovým podílem popílku měly

tvrdost a pevnost v tlaku nejnižší. Vyšší tvrdost a lepší pevnost v tlaku měli vzorky, které byly vytvořeny z popílku vypáleného na 200 °C oproti vzorkům, které obsahovaly popílek vypálený na 1000 °C.

4.3 Struktura kompozitu před a po ohřevu

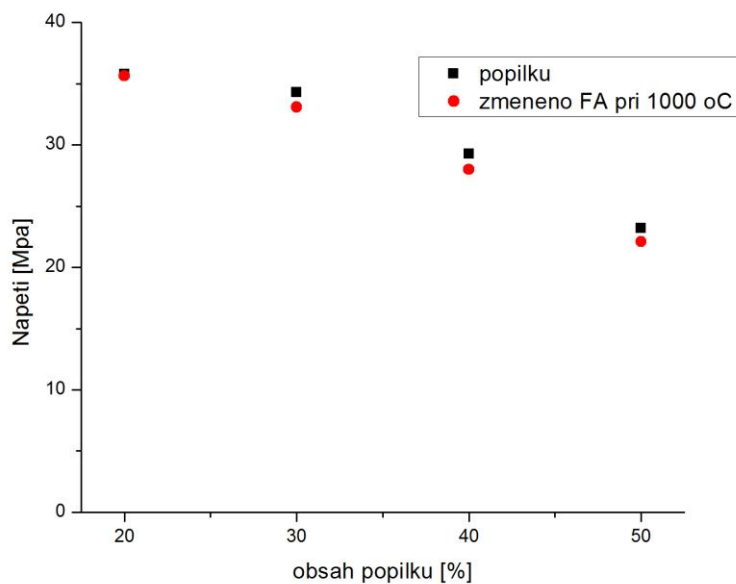


Obrázek 35: Geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF před (vlevo) a po ohřevu při 1000 °C (pravo).

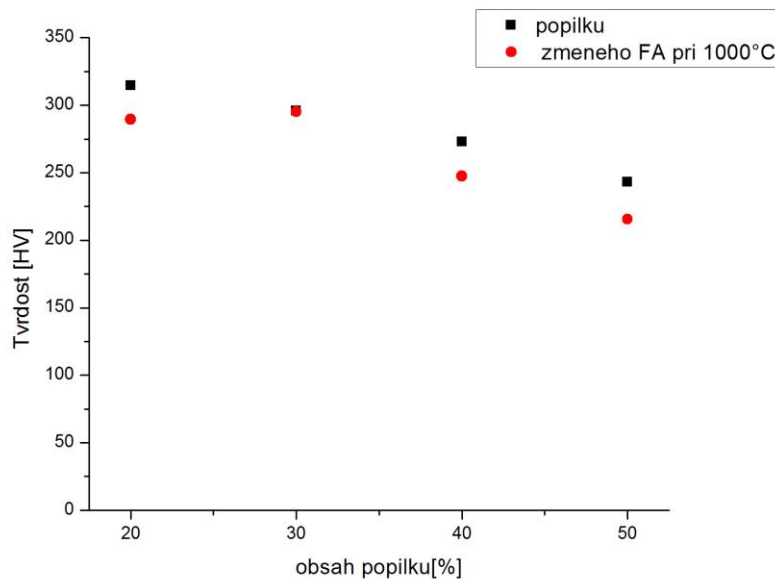
Tabulka 9: Mechanické vlastnosti geopolymerní malty před a po upravení K6_LF popílku a na 1000°C

Směs No	Typ popílku	Dny	Hustota [g/cm ³]	Tvrdost [HV]	Napětí [MPa]
MLF'-2	popílku	7	1,8	248 ± 12	32,23 ± 3
		14	1,66	321 ± 10	34,69 ± 2,2
		28	1,6	338 ± 9	37,40 ± 6,1
		90	1,6	351 ± 6	38,80 ± 2
	Změněno FA při 1000 °C	7	1,85	245 ± 2	31,48 ± 1,2
		14	1,76	285 ± 12	35,72 ± 4,4
		28	1,61	311 ± 8	35,77 ± 7,9
		90	1,60	317 ± 2	39,59 ± 3,2
MLF'-3	popílku	7	1,82	249 ± 12	25,22 ± 3,9
		14	1,67	303 ± 9	28,63 ± 5,9
		28	1,62	314 ± 2	32,67 ± 1,8
		90	1,57	318 ± 3	34,66 ± 3,9
	Změněno FA při 1000 °C	7	1,88	254 ± 7	24,81 ± 1,8
		14	1,75	302 ± 8	34,06 ± 3,1
		28	1,59	311 ± 8	35,5 ± 5,3
		90	1,58	314 ± 5	37,86 ± 6,7
MLF'-4	popílku	7	1,67	237 ± 6	18,44 ± 1,4
		14	1,64	280 ± 2	21,92 ± 1,1
		28	1,46	286 ± 6	24,21 ± 2,2
		90	1,45	288 ± 4	28,59 ± 5,3
	Změněno FA při 1000 °C	7	1,84	243 ± 4	24,05 ± 2,4
		14	1,77	247 ± 6	25,89 ± 0,4
		28	1,55	249 ± 4	29,48 ± 0,7
		90	1,54	251 ± 1	32,6 ± 0,8
MLF'-5	popílku	7	1,65	216 ± 2	20,72 ± 5,6
		14	1,64	245 ± 19	20,91 ± 0,1
		28	1,42	251 ± 2	24,55 ± 1,4
		90	1,41	260 ± 3	26,64 ± 0,6
	Změněno FA při 1000 °C	7	1,83	190 ± 12	20,12 ± 1,9
		14	1,7	217 ± 19	21,46 ± 2,2
		28	1,56	225 ± 8	21,94 ± 0,7
		90	1,54	230 ± 5	24,9 ± 4,6

4.3.1 Výsledný diagram



Obrázek 36: *Pevnost v tlaku geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF před a po zahřívání při 1000 °C*



Obrázek 37: *Tvrdost geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF před a po zahřívání při 1000 °C*

4.3.2 Vyhodnocení

Z diagramu a tabulky 9, lze vyčíst tvrdost a pevnost v tlaku materiálu.

Tvrdost a pevnost v tlaku geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF se zvyšší s narůstajícím časem (7, 14, 28, 90 dny) a po 90 dnech se nemění. Hustota vzorku s rostoucím časem klesá a po 90 dnech se také nemění.

Obrázek 35. zobrazuje struktury geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF před a po ohřevu při 1000 °C. Struktury jsou stejné, pouze mají jinou barvu. Barvy geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF po ohřevu při 1000 °C jsou lepší než geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF před ohřevem.

Vysoká teplota zpracování může mít podstatný vliv na výsledné vlastnosti geopolymerní malty. Obr. 22. zobrazuje pevnost a tvrdost geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF - nezměněné a modifikované částice po zahřátí na 1000° C. Po zahřátí částic popílků při 1000 °C, může pevnost vzorků být o něco menší, ale nepatrně. Z tabulky 6 je zřejmé, že hustota vzorků po upravení popílku na 1000 °C je vyšší popílku, protože mají tendenci absorbovat vodu více než popílky.

5. ZÁVĚR

Tato bakalářská práce se zabývá změnou barvy popílku při ohřevu na vysokou teplotu a rozbořem vlastností popílku a to především barvou, tvarem, chemickým složením a stlačitelností před a po zpracování při vysokých teplotách.

Chceme dosáhnout změny barvy popílku, abychom mohli konkurovat jiným materiálům. Výsledky této práce lze uplatnit ve stavebním průmyslu.

Studiem geopolymerních malta betonů bylo zjištěno, že:

- Mechanické vlastnosti (hustota, tvrdost, pevnost v tlaku) měřených vzorků se v průběhu pozorování, které trvalo 90 dní, neměnily. Nejvyšší tvrdosti a pevnosti v tlaku dosahovaly vzorky s 20% objemovým podílem popílku. Na druhé straně vzorky s 50% objemovým podílem popílku měly tvrdost a pevnost v tlaku nejnižší.
- Tvrdost a pevnost v tlaku geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF se zvyšují s narůstajícím časem (7, 14, 28, 90 dní) a po 90 dnech se nemění. Hustota vzorku s rostoucím časem klesá a po 90 dnech se také nemění.
- Struktury geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF před a po ohřevu při 1000 °C. Struktury jsou stejné, pouze mají jinou barvu. Barvy geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF po ohřevu při 1000 °C jsou hežčí než geopolymerní malty na bázi popílku K6_LF před ohřevem.
- Vyšší tvrdost a lepší pevnost v tlaku měli vzorky, které byly vytvořeny z popílku vypáleného na 200 °C oproti vzorkům, které obsahovaly popílek vypálený na 1000 °C. Proto doporučuji použít tyto metody vypálení na 1000°C v sochařství, architektuře a zejména tam, kde je barva důležitější než mechanické vlastnosti.

6. POUŽITÁ LITERATURA

- [1] http://cs.wikipedia.org/wiki/Malta_%28materi%C3%A1l%29 [1.4.2013]
- [2] DAVIDOVITS, J, Geopolymer Chemistry and Application, ed, Second, 2008: Institute Géopolymer- France. 587
- [3] HUNG, T. D. , Geopolymerní kompozitní systémy na bázi termální siliky : studie postup přípravy a mechanických vlastností. Disertační práce, TU v Liberci 2010.
- [4] XIEM, N., Potenciální využití geopolymerních materiálů v oblasti zpracování odpadů. Disertační práce, TU v Liberci 2011.
- [5] http://www.matrix2012.cz/index.php?option=com_content&view=article&id=1149:geopolymery&catid=64:rzne&Itemid=88 [2.4.2013]
- [6] http://www.vscht.cz/sil/pojiva/geo_2007.pdf [2.4.2013]
- [7] Škvára F. (2007): Alkalicky aktivované materiály – geopolymery
URL: <http://www.vscht.cz/sil/pojiva/geo_2007.pdf> [cit. 5.4.2013]
- [8] AL-ZBOON, Kamel; AL-HARAHSEH, Mohammad S.; HANI, Falah Bani. Fly ash-based geopolymer for Pb removal from aqueous solution. Journal of Hazardous Materials [online]. 15 April 2011, Volume 188, Issues 1-3, [cit. 5.4.2013]. Dostupný z WWW: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/B6TGF-523V3JM-B/2/4db6f5fcce7eee5708fb017d8a42a317>>. ISSN 0304-3894.
- [9] Huřa J.: Příprava a vlastnosti geopolymérů na bázi metakaolinu alkalickou aktivací. Diplomová práce. Brno: VUT, FCH 2005.
- [10] Vít Černý, D., T. Variabilita vlastností různých druhů popílků. JUNIORSTAV 2011, 4.1 Fyzikální a chemické vlastnosti stavebních hmot.
- [11] Sanja Dimter, T., K. Použití popílku v cementobetonovém krytu pozemní komunikace

[12] RADIM SRNSKÝ. Pevné zbytky ze spalování komunálních odpadů jako surovina pro výrobu geopolymérů

[13] <http://tpm.fsv.cvut.cz/vyuka/ychs/prednIV.pdf> [6.5..2013]

[14] Della M. Roy: Alkali-activated cements, Opportunities and challenges, Cement and Concrete Research, The Pennsylvania State University 1988, no. 29, pp. 249-254.

[15] http://www.ptsndt.com/cz/index.php?option=com_content&view=article&id=192:tvrdomhm-180&catid=94:tvrdom&Itemid=137

[16] <http://www.testima.eu/prilohy/149/astm956.pdf> [6.5.2013]

[17] http://www.mltest.com/PDF/mh180_manual.pdf [7.5.2013]